

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2002-194263

(P2002-194263A)

(43) 公開日 平成14年7月10日 (2002.7.10)

(51) Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	ページ(参考)
C 0 9 D 17/00		C 0 9 D 17/00	2 C 0 5 6
B 4 1 J 2/01		B 4 1 M 5/00	E 2 H 0 8 6
B 4 1 M 5/00		C 0 9 D 11/00	4 J 0 3 7
C 0 9 D 11/00		B 4 1 J 3/04	1 0 1 Y 4 J 0 3 9
審査請求 未請求 請求項の数31 O L (全 16 頁)			

(21) 出願番号 特願2001-279260(P2001-279260)

(22) 出願日 平成13年9月14日 (2001.9.14)

(31) 優先権主張番号 特願2000-281348(P2000-281348)

(32) 優先日 平成12年9月18日 (2000.9.18)

(33) 優先権主張国 日本 (J P)

(31) 優先権主張番号 特願2000-316555(P2000-316555)

(32) 優先日 平成12年10月17日 (2000.10.17)

(33) 優先権主張国 日本 (J P)

(71) 出願人 000002360

セイコーエプソン株式会社

東京都新宿区西新宿2丁目4番1号

(72) 発明者 佐 野 強

長野県諏訪市大和三丁目3番5号 セイコ

ーエプソン株式会社内

(72) 発明者 小 嶋 輝 人

長野県諏訪市大和三丁目3番5号 セイコ

ーエプソン株式会社内

(74) 代理人 100075812

弁理士 吉武 寛次 (外4名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 顔料分散液の製造方法

(57) 【要約】 (修正有)

【課題】吐出安定性に優れ、良好な画像、とりわけ色再現性に優れた画像を可能にするインク組成物を実現できる。顔料分散液の製造法の提供。

【解決手段】顔料を溶媒に分散させて顔料分散原液を調製し、該原液を第1段のクロスフロー膜濾過に付し、濾膜を透過しなかった液を回収し、該液を第2段のクロスフロー膜濾過に付し、濾膜を透過した液を顔料分散液として回収することを含んでなる、顔料の平均粒径が調整された顔料分散液の製造方法。ここで第1段のクロスフロー膜濾過の濾膜の平均孔径が第2段のクロスフロー膜濾過の濾膜の平均孔径より小さい。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】顔料の平均粒径が調整された顔料分散液の製造方法であって、前記顔料を溶媒に分散させて顔料分散原液を調製し、該原液をクロスフロー膜濾過に付し、濾膜を透過した液または濾膜を透過しなかった液を顔料分散液として回収することを含んでなる、方法。

【請求項2】前記膜濾過がマイクロ濾過または限外濾過である、請求項1に記載の方法。

【請求項3】前記膜濾過の濾膜の平均孔径が1nm～1μmである、請求項1または2に記載の方法。

【請求項4】前記顔料の分散が、高分子分散剤または界面活性剤とともに行われるものである、請求項1～3のいずれか一項に記載の方法。

【請求項5】請求項1～4のいずれか一項に記載の方法で製造された、顔料分散液。

【請求項6】請求項1～5のいずれか一項に記載の方法で製造された顔料分散液を含んでなる、インク組成物。

【請求項7】インク組成物がインクジェット記録方法に用いられる、請求項6に記載のインク組成物。

【請求項8】顔料の平均粒径が調整された顔料分散液の製造方法であって、前記顔料を溶媒に分散させて顔料分散原液を調製し、該原液を第1段のクロスフロー膜濾過に付し、濾膜を透過した液を回収し、該液を第2段のクロスフロー膜濾過に付し、濾膜を透過しなかった液を顔料分散液として回収することを含んでなり、

ここで、第1段のクロスフロー膜濾過の濾膜の平均孔径が、第2段のクロスフロー膜濾過の濾膜の平均孔径より大きいものである、方法。

【請求項9】顔料の平均粒径が調整された顔料分散液の製造方法であって、前記顔料を溶媒に分散させて顔料分散原液を調製し、該原液を第1段のクロスフロー膜濾過に付し、濾膜を透過しなかった液を回収し、

該液を第2段のクロスフロー膜濾過に付し、濾膜を透過した液を顔料分散液として回収することを含んでなり、ここで、第1段のクロスフロー膜濾過の濾膜の平均孔径が、第2段のクロスフロー膜濾過の濾膜の平均孔径より小さいものである、方法。

【請求項10】前記膜濾過がマイクロ濾過または限外濾過である、請求項8または9に記載の方法。

【請求項11】第1段のクロスフロー膜濾過の濾膜の平均孔径が0.05～1μmであり、第2段のクロスフロー膜濾過の濾膜の平均孔径が0.001～0.1μmである、請求項8に記載の方法。

【請求項12】第1段のクロスフロー膜濾過の濾膜の平均孔径が0.001～0.1μmであり、第2段のクロスフロー膜濾過の濾膜の平均孔径が0.05～1μmで

ある、請求項9に記載の方法。

【請求項13】前記顔料の分散が、高分子分散剤または界面活性剤とともに行われるものである、請求項8～12のいずれか一項に記載の方法。

【請求項14】顔料の平均粒径が10～300nmの範囲内に調整されてなる、請求項8～13のいずれか一項に記載の方法。

【請求項15】請求項8～14のいずれか一項に記載の方法で製造された顔料分散液を含んでなる、インク組成物。

【請求項16】インク組成物が、インクジェット記録方法に用いられる、請求項15に記載のインク組成物。

【請求項17】顔料と、分散剤と、水溶性有機溶媒とを少なくとも含んでなるインク組成物の製造方法であって、

顔料と、分散剤と、水溶性有機溶媒とを少なくとも含んでなるインク原液を調製し、

該原液をクロスフロー膜濾過に付し、濾膜を透過した液または濾膜を透過しなかった液をインク組成物として回収することを含んでなる、方法。

【請求項18】前記膜濾過がマイクロ濾過または限外濾過である、請求項17に記載の方法。

【請求項19】前記膜濾過の濾膜の平均孔径が1nm～1μmである、請求項17または18に記載の方法。

【請求項20】前記分散剤が、高分子分散剤または界面活性剤である、請求項17～19のいずれか一項に記載の方法。

【請求項21】請求項17～20のいずれか一項に記載の方法で製造された、インク組成物。

【請求項22】インク組成物がインクジェット記録方法に用いられるものである、請求項21に記載のインク組成物。

【請求項23】顔料と、分散剤と、水溶性有機溶媒とを少なくとも含んでなるインク組成物の製造方法であって、

顔料と、分散剤と、水溶性有機溶媒とを少なくとも含んでなるインク原液を調製し、

該原液を第1段のクロスフロー膜濾過に付し、濾膜を透過した液を回収し、

該液を第2段のクロスフロー膜濾過に付し、濾膜を透過しなかった液をインク組成物として回収することを含んでなり、

ここで、第1段のクロスフロー膜濾過の濾膜の平均孔径が、第2段のクロスフロー膜濾過の濾膜の平均孔径より大きいものである、方法。

【請求項24】顔料と、分散剤と、水溶性有機溶媒とを少なくとも含んでなるインク組成物の製造方法であって、

顔料と、分散剤と、水溶性有機溶媒とを少なくとも含んでなるインク原液を調製し、

該原液を第1段のクロスフロー膜濾過に付し、濾膜を透過しなかった液を回収し、

該液を第2段のクロスフロー膜濾過に付し、濾膜を透過した液をインク組成物として回収することを含んでなり、

ここで、第1段のクロスフロー膜濾過の濾膜の平均孔径が、第2段のクロスフロー膜濾過の濾膜の平均孔径より小さいものである、方法。

【請求項25】前記膜濾過がマイクロ濾過または限外濾過である、請求項23または24に記載の方法。

【請求項26】第1段のクロスフロー膜濾過の濾膜の平均孔径が0.05~1 $\mu$ mであり、第2段のクロスフロー膜濾過の濾膜の平均孔径が0.001~0.1 $\mu$ mである、請求項23に記載の方法。

【請求項27】第1段のクロスフロー膜濾過の濾膜の平均孔径が0.001~0.1 $\mu$ mであり、第2段のクロスフロー膜濾過の濾膜の平均孔径が0.05~1 $\mu$ mである、請求項24に記載の方法。

【請求項28】前記顔料の平均粒径が10~300nmの範囲内に調整されてなる、請求項23~27のいずれか一項に記載の方法。

【請求項29】前記分散剤が、高分子分散剤または界面活性剤である、請求項23~28のいずれか一項に記載の方法。

【請求項30】請求項23~29のいずれか一項に記載の方法によって製造された、インク組成物。

【請求項31】インク組成物がインクジェット記録方法に用いられるものである、請求項30に記載のインク組成物。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の背景】発明の分野

本発明は、顔料の平均粒径が調整された顔料分散液の製造方法に関する。

【0002】背景技術

インクジェット記録方法は、インク組成物の小滴を飛翔させ、紙等の記録媒体に付着させて印刷を行う印刷方法である。この方法は、比較的安価な装置で高解像度、高品位な画像を高速度で印刷できるという特徴を有する。

【0003】インクジェット記録に使用されるインク組成物は、水を主成分とし、これに着色成分および目詰まり防止等の目的でグリセリン等の湿潤剤を含有したものが一般的である。インクジェット記録用インク組成物に用いられる着色剤としては、色剤の彩度の高さ、利用できる色剤の種類の高さ、水への溶解性などの理由から水溶性染料が数多く使用されている。

【0004】一方で、顔料は、染料に比べて耐光性および耐水性に優れており、近年、耐光性および耐水性を改善する目的でインクジェット記録用インク組成物の着色剤として利用が検討されている。顔料は一般に水に不溶

であるため、顔料を水系インク組成物に利用する場合には、顔料を分散剤と呼ばれる樹脂などと共に混合分散し、水に安定分散させた後にインク組成物として調製する必要がある。顔料が水系溶媒に安定に分散するためには、顔料の種類、粒径、樹脂の種類、および分散手段等を検討する必要がある、これまで多くの分散方法およびインクジェット記録用インクの製造法が提案されている。

【0005】インク組成物の製造にあつては、顔料と分散剤と必要に応じて水溶性有機溶媒とを適切な分散機または混合機で混合した後に、濾過を行って粗大粒子や不溶物を除去することが一般的である。例えば、特開平10-287836号公報では、カーボンブラックに樹脂を吸着させたのち、カーボンブラックに吸着していない樹脂の少なくとも一部を限外濾過によって除去することを特徴とするインクジェットインクの製造法が提案されている。

【0006】しかしながら、本発明者の知る限りでは、膜濾過を用いて粗大な顔料粒子を除去し、顔料の平均粒径が調整された顔料分散液を得る製造方法は、未だ提案されていない。

【0007】

【発明の概要】本発明者等は、今般、クロスフロー膜濾過による濾過によれば、顔料の平均粒径が一定の範囲に調整された良好な顔料分散液を効率よく製造することができる、との知見を得た。また、本発明者等は、この製造方法によって得られた顔料分散液をインク組成物に用いた場合、吐出安定性と、色再現性に優れた画像を表現できるとの知見を得た。本発明はかかる知見に基づくものである。

【0008】従つて、本発明は、吐出安定性に優れ、かつ良好な画像、とりわけ色再現性に優れた画像、を可能にするインク組成物を表現することができる、顔料分散液の製造法の提供をその目的としている。

【0009】そして、本発明の第一の態様によれば、顔料の平均粒径が調整された顔料分散液の製造方法が提供され、この方法は、前記顔料を溶媒に分散させて顔料分散原液を調製し、該原液をクロスフロー膜濾過に付し、濾膜を透過した液または濾膜を透過しなかった液を顔料分散液として回収することを含んでなるものである。

【0010】本発明の第二の態様によれば、顔料の平均粒径が調整された顔料分散液の製造方法が提供され、この方法は、前記顔料を溶媒に分散させて顔料分散原液を調製し、該原液を第1のクロスフロー膜濾過に付し、濾膜を透過した液を回収し、該液を第2のクロスフロー膜濾過に付し、濾膜を透過しなかった液を顔料分散液として回収することを含んでなり、ここで、第1のクロスフロー膜濾過の濾膜の平均孔径が、第2のクロスフロー膜濾過の濾膜の平均孔径より大きいものである。

【0011】本発明の第三の態様によれば、顔料の平均

粒径が調整された顔料分散液の製造方法が提供され、この方法は、前記顔料を溶媒に分散させて顔料分散原液を調製し、該原液を第1段のクロスフロー膜濾過に付し、濾膜を透過しなかった液を回収し、該液を第2段のクロスフロー膜濾過に付し、濾膜を透過した液を顔料分散液として回収することを含んでなり、ここで、第1段のクロスフロー膜濾過の濾膜の平均孔径が、第2段のクロスフロー膜濾過の濾膜の平均孔径より小さいものである。

【0012】

【発明の具体的説明】顔料分散液の製造

a) 顔料分散原液の調製

本発明による顔料分散原液は、顔料と溶媒とを混合分散させて調製されるものである。顔料と溶媒とを混合分散させる方法としては慣用手段を用いることができ、その具体例としては、分散機/混合機（例えば、ボールミル、サンドミル、アトライター、ロールミル、アジータミル、ヘンシェルミキサー、コロイドミル、超音波ホモジナイザー、ジェットミル、オングミルなど）で混合分散する方法が挙げられる。

【0013】b) 膜濾過

本発明における顔料分散液の製造方法にあっては、調製した顔料分散原液をクロスフロー膜濾過に付する。

【0014】本発明において、「膜濾過」とは、原液を濾膜と接触させ、好ましくは圧力を加えながら接触させて、濾膜を透過する成分と透過しない成分とに分ける操作をいう。膜濾過としては、限外濾過、マイクロ濾過、浸透、逆浸透、透析などが挙げられるが、本発明にあっては、限外濾過、マイクロ濾過が好ましい。本発明にあっては、膜濾過はクロスフローの態様で行われる。「クロスフロー」とは、膜濾過において、原液が濾膜の軸方向に流れるようにし、かつ、濾液が濾膜を横切って移動するようにした操作をいう。

【0015】本発明において利用可能な濾膜は、高分子膜、セラミック膜等が挙げられる。高分子膜の具体例としては、セルロース、ニトロセルロース、ポリビニルアルコール、塩化ビニル、ナイロン、ポリエステル、ポリエチレン、ポリサルホン、ポリエーテルサルホン等が挙げられる。セラミック膜の具体例としては、アルミナ多孔質濾膜が挙げられる。濾膜の形態は、使用条件を考慮して適宜決定でき、例えば、管状、中空状、平板状、中空糸状、等の形態が挙げられる。

【0016】本発明にあって、濾膜は市販のものを用いることができ、その具体例としては、フィルトン限外濾過システム「セントラメイト」等（ボール社製）、ウルトラフィльтраーションシステム「Mimran」（ミリボア社製）が挙げられる。

【0017】本発明の第一の態様における膜濾過

本発明の第一の態様における膜濾過によれば、クロスフロー膜濾過により顔料の平均粒径を調整した顔料分散液の製造方法が提供される。本発明の第一の態様は、顔料

分散原液をクロスフロー膜濾過に付し、濾膜を透過した液または濾膜を透過しなかった顔料分散液として回収するものである。

【0018】本発明の第一の態様において、クロスフロー膜濾過の濾膜の平均孔径は、所望の顔料の平均粒径を考慮して適宜決定されてよいが、1nm～1μm程度の範囲であり、好ましくは0.01～1μm程度の範囲である。この濾膜を用いて膜濾過を行うことにより、顔料の平均粒径が10～300nm程度の範囲、好ましく

10 は、10～200nm程度の範囲に調整された顔料分散液を得ることができる。クロスフロー膜濾過を行う時間、加圧等は、濾過する顔料の粒径、凝集性等を考慮して適宜決定できる。

【0019】本発明の第一の態様において、顔料分散原液がクロスフロー膜濾過に付され、その濾膜を透過しなかった残存液を、場合により新たな顔料分散原液とともに、再度クロスフロー膜濾過に付してもよい。同様に、顔料分散原液がクロスフロー膜濾過に付され、その濾膜を透過した液を、場合により新たな顔料分散原液とともに、再度クロスフロー膜濾過に付してもよい。

【0020】本発明の第一の態様による顔料分散液の製造方法を、図1および図2により説明する。図1はクロスフロー膜濾過装置1を示したものである。この装置によれば、原液溜2から顔料分散原液が圧力ポンプ14によって注入口4から濾過パイプ5の濾膜9内に導入される。次に、図2に示す通り、顔料分散原液は矢印6の方向に流れて、顔料粒子7および8が濾膜9の表面に移動する。濾膜9の内側は昇圧されているため、顔料分散原液は濾膜9を横切る方向に加圧される。また、濾膜9に平行に流れる顔料分散原液は、常に濾膜面を洗浄し、顔料のケーキ形成や濾膜の目詰まりを防止する。濾膜9の平均孔径より小さい顔料粒子8を含む原液は濾膜9を通過し、排出口10を通り濾過11に貯められる。濾膜9の平均孔径より大きい顔料粒子7を含む液は、吸引ポンプ12によって吸引される。この液は循環パイプ13を通り、圧力ポンプ14によって、顔料分散原液とともに再度クロスフロー膜濾過に付される。本発明の第一の態様によれば、所望の顔料分散液は、濾過11に貯められた液または、クロスフロー膜濾過の濾膜内に残存する液のいずれかである。

【0021】本発明の第二および第三の態様における膜濾過

本発明の第二および第三の態様によれば、第1段と第2段のクロスフロー膜濾過により、顔料の平均粒径が調整された顔料分散液の製造方法が提供される。

【0022】本発明の第二の態様によれば、第1段のクロスフロー膜濾過の濾膜の平均孔径は第2段のクロスフロー膜濾過の濾膜の平均孔径よりも大きいものである。このため、顔料分散原液が第1段のクロスフロー膜濾過に付されると、その濾膜の平均孔径より小さい顔料粒子

を含む液が濾過を透過する。この透過した液が第2段のクロスフロー膜濾過に付されると、その濾膜の平均孔径より小さい顔料粒子を含む液が濾過を透過して排出され、その濾膜内にはその濾膜の平均孔径より大きい顔料粒子を含む液が残る。この液が所望の顔料分散液である。

【0023】本発明の第二の態様によれば、第1段のクロスフロー膜濾過の濾膜の平均孔径が第2段のクロスフロー膜濾過の平均孔径よりも小さいものである。このため、顔料分散原液が第1段のクロスフロー膜濾過に付されると、その濾膜の平均孔径より大きい顔料粒子を含む液は濾膜を透過せず濾膜内に残り回収される。この液が第2段のクロスフロー膜濾過に付されると、その濾膜内にはその濾膜の平均孔径より大きい顔料粒子が残る、その濾膜の平均孔径より小さい顔料粒子を含む液が回収される。この液が所望の顔料分散液である。

【0024】本発明の第二および第三の態様において、クロスフロー膜濾過の濾膜の平均孔径は、調整する顔料の平均粒径に適合させて適宜決定できる。本発明の第二の態様は、第1段のクロスフロー膜濾過の濾膜の平均孔径が、第2段のクロスフロー膜濾過の濾膜の平均孔径より大きい場合である。この場合、第1段のクロスフロー膜濾過の濾膜の平均孔径は、0.05~1 $\mu$ m程度の範囲、好ましくは、0.2~1 $\mu$ m程度の範囲であり、第2段のクロスフロー膜濾過の濾膜の平均孔径は、0.001~0.1 $\mu$ m程度の範囲、好ましくは0.01~0.1 $\mu$ m程度の範囲である。このような濾膜を用いて第1段および第2段のクロスフロー膜濾過を行うことにより、顔料の平均粒径が10~300nm程度の範囲、好ましくは、10~200nm程度の範囲に調整された顔料分散液を得ることができる。本発明の第三の態様は、第1段のクロスフロー膜濾過の濾膜の平均孔径が、第2段のクロスフロー膜濾過の濾膜の平均孔径より小さい場合である。つまり、本発明の第三の態様は、本発明の第二の態様における第1段のクロスフロー膜濾過と第2段のクロスフロー膜濾過とが逆になったものである。よって、本発明の第三の態様における第1段と第2段のクロスフロー膜濾過の濾膜の平均孔径は、本発明の第二の態様で説明した第2段と第1段のクロスフロー膜濾過の濾膜の平均孔径の数値と同様であってよい。本発明の第二および第三の態様において、第1段および第2段のクロスフロー膜濾過を行う時間、加圧等は、濾過する顔料の粒径、凝集性を考慮して適宜決定できる。

【0025】本発明の第二の態様を、図3、図4および図5によって説明する。図3の上部の装置は第1段のクロスフロー膜濾過装置21を示すものである。この装置21によれば、原液溜22から顔料分散原液が圧力ポンプ34によって注入口24から濾過パイプ25の濾膜29内に導入される。続いて、図4（装置1の膜濾過部の拡大図）に示す通り、顔料分散原液は矢印26の方向に

流れて、濾膜29の表面に移動される。濾膜29の内側は昇圧されているため、顔料分散原液は濾膜29を横切る方向に加圧される。また、濾膜29に平行に流れる顔料分散原液は、常に濾膜面を洗浄し、顔料のケーキ形成や濾膜の目詰まりを防止する。濾膜29の平均孔径より小さい顔料粒子27および28を含む液は濾膜29を通過し、排出口30を通り液溜31に貯められる。その後、この液は液溜31から図3の下部に示す第2段のクロスフロー膜濾過装置41の原液溜42に送られる。図3の上部に示す通りに、大きい顔料粒子は残存する原液とともに、吸引ポンプ32によって吸引される。吸引された液は、循環パイプ33を通り、圧力ポンプ34によって、第1段のクロスフロー膜濾過に導入されて、再度クロスフロー膜濾過に付される。

【0026】図3の下部の装置は第2段のクロスフロー膜濾過装置41を示すものである。この装置によれば、原液溜42から原液が圧力ポンプ54によって注入口44から濾過パイプ45の濾膜49内に導入される。次に、図5（装置41の膜濾過部の拡大図）に示す通り、原液は矢印46の方向に流れて、濾膜49の表面に移動される。濾膜49の内側は昇圧されているため、原液は濾膜49を横切る方向に加圧される。また、濾膜49に平行に流れる液は、常に濾膜面を洗浄し、顔料のケーキ形成や濾膜の目詰まりを防止する。そして、濾膜49の平均孔径より小さい顔料粒子28を含む原液は濾膜49を通過し、排出口50を通り液溜51に貯められて排出される。図3の下部に示す通りに、濾膜49の平均孔径より大きい顔料粒子27を含む原液は、吸引ポンプ52によって吸引される。吸引されたこの液は、循環パイプ53を通り、圧力ポンプ54によって、第2段のクロスフロー膜濾過に導入されて、再度クロスフロー膜濾過に付される。液溜51に顔料粒子28が存在しないことを確認できた時、第2段のクロスフロー膜濾過装置41を停止し、その循環路内に存在する顔料粒子27を含む液を回収する。回収した液が所望の顔料分散液である。

【0027】本発明の第三の態様では、図3の下部に示す第2段のクロスフロー膜濾過装置41が第1段のクロスフロー膜濾過装置となり、図3の上部に示す第1段のクロスフロー膜濾過21が第2段のクロスフロー膜濾過装置となって、所望の顔料分散液を調製することができる（具体的な手順は図3に示してはいない）。

#### 【0028】c) 顔料

本発明による顔料分散液の製造方法に利用される顔料は特に限定されず、無機顔料および有機顔料のいずれも使用することができる。無機顔料としては、酸化チタンおよび酸化鉄に加え、コンタクト法、ファーネスト法、サーマル法などの公知の方法によって製造されたカーボンブラックを使用することができる。また、有機顔料としては、アゾ顔料（アゾレーキ、不溶性アゾ顔料、縮合アゾ顔料、キレートアゾ顔料などを含む）、多環式顔料

(例えば、フタロシアニン顔料、ペリレン顔料、ペリノン顔料、アントラキノン顔料、キナクリドン顔料、ジオキサジン顔料、チオインジゴ顔料、イソインドリノン顔料、キノフラロン顔料など)、染料キレート(例えば、塩基性染料型キレート、酸性染料型キレートなど)、ニトロ顔料、ニトロソ顔料、アニリンブラックなどを使用できる。

【0029】黒インクとして使用されるカーボンブラックとしては、三菱化学製のNo.2300, No. 900, MCF88, No. 33, No. 40, No. 45, No. 52, MA7, MA8, MA100, No2200B 等が、コロムビア社製の Raven5750, Raven5250, Raven5000, Raven3500, Raven1255, Raven700 等が、キャボット社製の Regal 400R, Regal 330R, Regal 660R, Moquil L, Monarch 700, Monarch 800, Monarch 880, Monarch 900, Monarch 1000, Monarch 1100, Monarch 1300, Monarch 1400 等が、デグussa社製の Color Black FW1, Color Black FW2, Color Black FW3, Color Black FW18, Color Black FW200, Color Black S150, Color Black S160, Color Black S170, Printex 35, Printex U, Printex V, Printex 140U, Special Black 6, Special Black 5, Special Black 4A, Special Black 4 等が使用できる。

【0030】イエローインクに使用される顔料としては、C.I. Pigment Yellow 1, C.I. Pigment Yellow 2, C.I. Pigment Yellow 3, C.I. Pigment Yellow 12, C.I. Pigment Yellow 13, C.I. Pigment Yellow 14C, C.I. Pigment Yellow 16, C.I. Pigment Yellow 17, C.I. Pigment Yellow 73, C.I. Pigment Yellow 74, C.I. Pigment Yellow 75, C.I. Pigment Yellow 83, C.I. Pigment Yellow 93, C.I. Pigment Yellow 95, C.I. Pigment Yellow 97, C.I. Pigment Yellow 98, C.I. Pigment Yellow 109, C.I. Pigment Yellow 110, C.I. Pigment Yellow 114, C.I. Pigment Yellow 128, C.I. Pigment Yellow 129, C.I. Pigment Yellow 138, C.I. Pigment Yellow 150, C.I. Pigment Yellow 151, C.I. Pigment Yellow 154, C.I. Pigment Yellow 155, C.I. Pigment Yellow 180, C.I. Pigment Yellow 185 等が挙げられる。

【0031】また、マゼンタインクに使用される顔料としては、C.I. Pigment Red 5, C.I. Pigment Red 7, C.I. Pigment Red 12, C.I. Pigment Red 48(Ca), C.I. Pigment Red 48(Mn), C.I. Pigment Red 57(Ca), C.I. Pigment Red 57:1, C.I. Pigment Red 112, C.I. Pigment Red 122, C.I. Pigment Red 123, C.I. Pigment Red 168, C.I. Pigment Red 184, C.I. Pigment Red 202 等が挙げられる。

【0032】さらに、シアンインクに使用される顔料としては、C.I. Pigment Blue 1, C.I. Pigment Blue 2, C.I. Pigment Blue 3, C.I. Pigment Blue 15:3, C.I. Pigment Blue 15:34, C.I. Pigment Blue 16, C.I. Pigment Blue 22, C.I. Pigment Blue 60, C.I. Vat Blue 4, C.I. Vat Blue 60 等が挙げられる。

【0033】d) 溶媒

本発明にあっては、顔料分散原液を調製するのに、顔料を溶媒に分散させて行う。本発明において利用できる溶媒は、高分子分散剤、界面活性剤、または水、およびこれらを組み合わせたものが挙げられる。また、必要に応じて、後述するインク組成物に添加される水溶性有機溶媒、その他の成分をさらに添加してもよい。本発明の好ましい態様によれば、顔料を高分子分散剤または界面活性剤とともに分散させて、顔料分散原液を調製することが好ましい。

#### 【0034】高分子分散剤

高分子分散剤の好ましい例としては天然高分子が挙げられ、その具体例としては、にかわ、ゼラチン、ガゼイン、アルブミンなどのタンパク質類；アラビアゴム、トラカントゴムなどの天然ゴム類；サポニンなどのグルコシド類；アルギン酸およびアルギン酸プロピレングリコールエステル、アルギン酸トリエタノールアミン、アルギン酸アンモニウムなどのアルギン酸誘導体；メチルセルロース、カルボキシメチルセルロース、ヒドロキシエチルセルロース、エチルヒドロキシセルロースなどのセルロース誘導体などが挙げられる。さらに、高分子分散剤の好ましい例として合成高分子が挙げられ、ポリビニルアルコール類、ポリビニルピロリドン類、ポリアクリル酸、アクリル酸-アクリルニトリル共重合体、アクリル酸カリウム-アクリルニトリル共重合体、酢酸ビニル-アクリル酸エステル共重合体、アクリル酸-アクリル酸エステル共重合体などのアクリル系樹脂；スチレン-アクリル酸共重合体、スチレン-メタクリル酸共重合体、スチレン-メタクリル酸-アクリル酸エステル共重合体、スチレン- $\alpha$ -メチルスチレン-アクリル酸共重合体、スチレン- $\alpha$ -メチルスチレン-アクリル酸-アクリル酸エステル共重合体などのスチレン-アクリル樹脂；スチレン-マレイン酸共重合体、スチレン-無水マレイン酸共重合体、ビニルナフタレン-アクリル酸共重合体、ビニルナフタレン-マレイン酸共重合体、および酢酸ビニル-エチレン共重合体、酢酸ビニル-脂肪酸ビニルエチレン共重合体、酢酸ビニル-マレイン酸エステル共重合体、酢酸ビニル-クロトン酸共重合体、酢酸ビニル-アクリル酸共重合体などの酢酸ビニル系共重合体およびそれらの塩が挙げられる。これらの中で、特に疎水性基を持つモノマーと親水性基を持つモノマーとの共重合体、および疎水性基と親水性基を分子構造中に併せ持ったモノマーからなる重合体が好ましい。

#### 【0035】界面活性剤

界面活性剤の具体例としては、アニオン性界面活性剤(例えばドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム、ラウリル酸ナトリウム、ポリオキシエチレンアルキルエーテルサルフェートのアンモニウム塩など)、ノニオン性界面活性剤(例えば、ポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレンアルキルエステル、ポリオキシエチレンソルビタン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレ

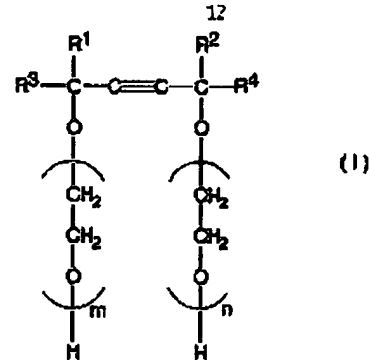
ンアルキルフェニルエーテル、ポリオキシエチレンアルキルアミン、ポリオキシエチレンアルキルアミドなど）、両性界面活性剤（例えば、N、N-ジメチル-N-アルキル-N-カルボキシメチルアンモニウムベタイン、N、N-ジアルキルアミノアルキレンカルボン酸塩、N、N、N-トリアルキル-N-スルホアルキレンアンモニウムベタイン、N、N-ジアルキル-N、N-ビスポリオキシエチレンアンモニウム硫酸エステルベタイン、2-アルキル-1-カルボキシメチル-1-ヒドロキシエチルイミダゾリニウムベタイン）等が挙げられる。これらは単独または二種以上を併用することができる。

【0036】本発明の好ましい態様によれば、グリコールエーテル類および／またはアセチレングリコール系界面活性剤をさらに含有させることが好ましい。本発明において用いられるグリコールエーテル類の具体例としては、エチレングリコールモノメチルエーテル、エチレングリコールモノエチルエーテル、エチレングリコールモノブチルエーテル、エチレングリコールモノメチルエーテルアセテート、ジエチレングリコールモノメチルエーテル、ジエチレングリコールモノエチルエーテル、ジエチレングリコールモノ-n-プロピルエーテル、エチレングリコールモノ-iso-プロピルエーテル、ジエチレングリコールモノ-iso-プロピルエーテル、エチレングリコールモノ-n-ブチルエーテル、エチレングリコールモノ-t-ブチルエーテル、ジエチレングリコールモノ-n-ブチルエーテル、トリエチレングリコールモノ-n-ブチルエーテル、ジエチレングリコールモノ-t-ブチルエーテル、1-メチル-1-メトキシブタノール、プロピレングリコールモノメチルエーテル、プロピレングリコールモノエチルエーテル、プロピレングリコールモノ-n-プロピルエーテル、プロピレングリコールモノ-iso-プロピルエーテル、プロピレングリコールモノ-n-ブチルエーテル、ジプロピレングリコールモノ-n-ブチルエーテル、ジプロピレングリコールモノメチルエーテル、ジプロピレングリコールモノエチルエーテル、ジプロピレングリコールモノ-n-プロピルエーテル、ジプロピレングリコールモノ-iso-プロピルエーテルなどが挙げられ、これらの一種または二種以上の混合物として用いることができる。

【0037】本発明においてはアセチレングリコール系界面活性剤を含んでなるのが好ましい。本発明において用いられるアセチレングリコール系界面活性剤の好ましい具体例としては、下記の式(1)で表わされる化合物が挙げられる。

【0038】

【化1】



【上記式中、 $0 \leq m+n \leq 50$ であり、 $R^1$ 、 $R^2$ 、 $R^3$ 、および $R^4$ は独立してアルキル基（好ましくは炭素数6以下のアルキル基）である】

上記の式(1)で表される化合物の中で特に好ましくは、2,4,7,9-テトラメチル-5-デシン-4,7-ジオール、3,6-ジメチル-4-オクチン-3,6-ジオール、3,5-ジメチル-1-ヘキシン-3-オールなどが挙げられる。上記の式(1)で表されるアセチレングリコール系界面活性剤として市販品を利用することも可能であり、その具体例としてはサーフィノール104、82、465、485、またはTG（いずれもAir Products and Chemicals, Inc.より入手可能）、オルフィンSTG、オルフィンE1010（以上 日信化学社製 商品名）が挙げられる。

#### 【0039】インク組成物の製造法

本発明による顔料分散液の製造方法によって製造された顔料分散液は、水溶性有機溶媒と、水等とともに混合されてインク組成物とすることができる。このインク組成物はインクジェット記録方法に用いられるものとして好ましい。

【0040】本発明の別の態様によれば、顔料と、分散剤と、水溶性有機溶媒とを少なくとも含んでなるインク組成物の製造方法が提供される。

【0041】よって、本発明の第四の態様態様によれば、顔料と、分散剤と、水溶性有機溶媒とを少なくとも含んでなるインク組成物の製造方法が提供され、その製造方法は、顔料と、分散剤と、水溶性有機溶媒とを少なくとも含んでなるインク原液を調製し、該原液をクロスフロー膜濾過に付し、濾過を透過した液または濾過を透過しなかった液をインク組成物として回収することを含んでなるものである。

【0042】本発明の第六の態様によれば、顔料と、分散剤と、水溶性有機溶媒とを少なくとも含んでなるインク組成物の製造方法が提供され、その製造方法は、顔料と、分散剤と、水溶性有機溶媒とを少なくとも含んでなるインク原液を調製し、該原液を第1段のクロスフロー膜濾過に付し、濾過を透過した液を回収し、該液を第2段のクロスフロー膜濾過に付し、濾過を透過しなかった液をインク組成物として回収することを含んでなり、こ

て、第1段のクロスフロー膜透過の濾膜の平均孔径が、第2段のクロスフロー膜透過の濾膜の平均孔径より大きいものである。

【0043】本発明の第七の態様によれば、顔料と、分散剤と、水溶性有機溶媒とを少なくとも含んでなるインク組成物の製造方法が提供され、その製造方法は、顔料と、分散剤と、水溶性有機溶媒とを少なくとも含んでなるインク原液を調製し、該原液を第1段のクロスフロー膜透過に付し、濾膜を透過しなかった液を回収し、該液を第2段のクロスフロー膜透過に付し、濾膜を透過した液をインク組成物として回収することを含んでなり、ここで、第1段のクロスフロー膜透過の濾膜の平均孔径が、第2段のクロスフロー膜透過の濾膜の平均孔径より小さいものである。

#### 【0044】a) インク原液の調製、クロスフロー膜透過、顔料、分散剤

本発明によるインク組成物の製造方法にあって、顔料と分散剤と水溶性有機溶媒とを少なくとも含んでなるインク原液の調製は、前記顔料分散液の製造方法で述べた顔料分散原液の調製と同様であってよい。よって、顔料、分散剤もまた、前記顔料の分散原液の調製で述べたのと同様であってよい。また、クロスフロー膜透過の手法もまた、記顔料分散液の製造方法で述べたのと同様であってよい。

【0045】本発明にあっては、顔料の含有量はインク組成物全量に対して0.1～10重量%程度の範囲、好ましくは1～5重量%程度の範囲である。なお、分散剤の含有量は顔料成分全量に対して0.01～1.5重量%程度の範囲、好ましくは0.1～1重量%程度の範囲である。

#### 【0046】b) 水溶性有機溶媒

本発明で利用される水溶性有機溶媒としては、高沸点有機溶媒からなる湿潤剤を含んでなるものが好ましくは挙げられる。高沸点有機溶媒の好ましい例としては、エチレングリコール、ジエチレングリコール、トリエチレングリコール、ポリエチレングリコール、ポリプロピレングリコール、プロピレングリコール、ブチレングリコール、1,2,6-ヘキサントリオール、チオグリコール、ヘキシレングリコール、グリセリン、トリメチロールエタン、トリメチロールプロパンなどの多価アルコール類；エチレングリコールモノエチルエーテル、エチレングリコールモノブチルエーテル、ジエチレングリコールモノメチルエーテル、ジエチレングリコールモノエチルエーテル、ジエチレングリコールモノブチルエーテル、トリエチレングリコールモノメチルエーテル、トリエチレングリコールモノエチルエーテル、トリエチレングリコールモノブチルエーテルなどの多価アルコールのアルキルエーテル類；2-ピロリドン、N-メチル-2-ピロリドン、1,3-ジメチル-2-イミダゾリジノン、トリエタノールアミンなどがあげられる。

【0047】この中でも沸点が180℃以上の水溶性有機溶媒の利用が好ましい。沸点が180℃以上の水溶性有機溶媒の使用はインク組成物の保水性と湿潤性をもたらす。この結果、インク組成物を長期間保管しても顔料の凝集や粘度の上昇がなく、優れた保存安定性を実現できる。さらに、開放状態（室温で空気に触れている状態）で放置しても流動性と再分散性を長時間維持するインク組成物が実現できる。さらに、インクジェット記録方法においては、印刷中もしくは印刷中断後の再起動時にノズルの目詰まりが生じることもなく、高い吐出安定性が得られる。

【0048】沸点が180℃以上の水溶性有機溶媒の例としては、エチレングリコール（沸点：197℃；以下括弧内は沸点を示す）、プロピレングリコール（187℃）、ジエチレングリコール（245℃）、ペンタメチレングリコール（242℃）、トリメチレングリコール（214℃）、2-ブテン-1,4-ジオール（235℃）、2-エチル-1,3-ヘキサジオール（243℃）、2-メチル-2,4-ペンタジオール（197℃）、N-メチル-2-ピロリドン（202℃）、1,3-ジメチル-2-イミダゾリジノン（257～260℃）、2-ピロリドン（245℃）、グリセリン（290℃）、トリプロピレングリコールモノメチルエーテル（243℃）、ジプロピレングリコールモノエチルグリコール（198℃）、ジプロピレングリコールモノメチルエーテル（190℃）、ジプロピレングリコール（232℃）、トリエチレングリコールモノメチルエーテル（249℃）、テトラエチレングリコール（327℃）、トリエチレングリコール（288℃）、ジエチレングリコールモノブチルエーテル（230℃）、ジエチレングリコールモノエチルエーテル（202℃）、ジエチレングリコールモノメチルエーテル（194℃）が挙げられる。沸点が200℃以上であるものが好ましい。これら水溶性有機溶媒は単独または2種以上混合して使用することができる。

【0049】高沸点有機溶媒の含有量は、インク組成物全量に対して好ましくは0.01～10重量%程度であり、より好ましくは0.1～5重量%程度が好ましい。

【0050】また、水溶性有機溶媒としては三級アミンが挙げられる。三級アミンの添加はインク組成物に湿潤性をもたらす。三級アミンの具体例としては、トリメチルアミン、トリエチルアミン、トリエタノールアミン、ジメチルエタノールアミン、ジエチルエタノールアミン、トリイソプロペノールアミン、ブチルジエタノールアミン等が挙げられる。これらは単独または混合して使用されてよい。三級アミンの添加量は、インク組成物全量に対して0.1～10重量%程度であり、より好ましくは0.5～5重量%程度が好ましい。

#### 【0051】c) 水、その他の成分

本発明によるインク組成物の製造方法にあっては、上記



した成分以外に、水、その他の成分をさらに添加してインク組成物を製造してよい。

【0052】その他の成分の具体例としては、水酸化アルカリが挙げられ、その例としては、水酸化カリウム、水酸化ナトリウム、水酸化リチウムであり、その添加量はインク組成物全量に対して0.01～5重量%程度であり、より好ましくは0.05～3重量%程度が好ましい。

【0053】その他の成分として、界面活性剤が挙げられ、その具体例としては、アニオン性界面活性剤（例えばドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム、ラウリル酸ナトリウム、ポリオキシエチレンアルキルエーテルサルフェートのアンモニウム塩など）、ノニオン性界面活性剤（例えば、ポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレンアルキルエステル、ポリオキシエチレンソルビタン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル、ポリオキシエチレンアルキルアミン、ポリオキシエチレンアルキルアミドなど）、両性界面活性剤（例えば、N,N-ジメチル-N-アルキル-N-カルボキシメチルアンモニウムベタイン、N,N-ジアルキルアミノアルキレンカルボン酸塩、N,N,N-トリアルキル-N-スルホアルキレンアンモニウムベタイン、N,N-ジアルキル-N,N-ビスポリオキシエチレンアンモニウム硫酸エステルベタイン、2-アルキル-1-カルボキシメチル-1-ヒドロキシエチルイミダゾリウムベタイン）等が挙げられる。これらは単独または二種以上を併用することができる。

【0054】界面活性剤の添加量はインク組成物全量に対して0.01～10重量%程度であり、好ましくは0.1～5重量%程度である。

【0055】本発明の好ましい態様によれば、グリコールエーテル類および/またはアセチレングリコール系界面活性剤をさらに添加してインク組成物を製造することが好ましい。

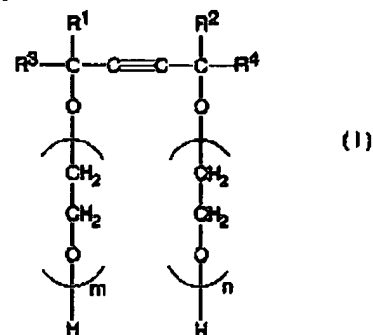
【0056】本発明において利用できるグリコールエーテル類は、上記した水溶性有機溶媒としても用いられるものであるが、その具体例としては、エチレングリコールモノメチルエーテル、エチレングリコールモノエチルエーテル、エチレングリコールモノブチルエーテル、エチレングリコールモノメチルエーテルアセテート、ジエチレングリコールモノメチルエーテル、ジエチレングリコールモノエチルエーテル、ジエチレングリコールモノ-n-プロピルエーテル、エチレングリコールモノ-iso-プロピルエーテル、ジエチレングリコールモノ-iso-プロピルエーテル、エチレングリコールモノ-n-ブチルエーテル、エチレングリコールモノ-t-ブチルエーテル、ジエチレングリコールモノ-n-ブチルエーテル、トリエチレングリコールモノ-n-ブチルエーテル、ジエチレングリコールモノ-t-ブチルエーテル、1-メチル-1-メトキシブタノール、プロピレン

グリコールモノメチルエーテル、プロピレングリコールモノエチルエーテル、プロピレングリコールモノ-t-ブチルエーテル、プロピレングリコールモノ-n-プロピルエーテル、プロピレングリコールモノ-iso-プロピルエーテル、プロピレングリコールモノ-n-ブチルエーテル、ジプロピレングリコールモノ-n-ブチルエーテル、ジプロピレングリコールモノメチルエーテル、ジプロピレングリコールモノエチルエーテル、ジプロピレングリコールモノ-n-プロピルエーテル、ジプロピレングリコールモノ-iso-プロピルエーテルなどが挙げられ、これらの一種または二種以上の混合物として用いることができる。

【0057】本発明にあつては、アセチレングリコール系界面活性剤を添加して製造するのが好ましい。アセチレングリコール系界面活性剤の添加によってインク組成物の記録媒体への浸透性を高くすることができ、種々の記録媒体においてにじみの少ない印刷が期待できる。アセチレングリコール系界面活性剤の好ましい具体例としては、下記の式(1)で表わされる化合物が挙げられる。

【0058】

【化2】



【上記式中、 $0 \leq m+n \leq 50$ であり、 $R^1$ 、 $R^2$ 、 $R^3$ 、および $R^4$ は独立してアルキル基（好ましくは炭素数6以下のアルキル基）である】

上記の式(1)で表される化合物の中で特に好ましくは2,4,7,9-тетраметил-5-децин-4,7-ジオール、3,6-ジметил-4-октен-3,6-ジオール、3,5-ジметил-1-ヘキシン-3-オールなどが挙げられる。上記の式(1)で表されるアセチレングリコール系界面活性剤として市販品を利用することも可能であり、その具体例としてはサーフィノール® 4,82,465,485、またはTG（いずれもAir Products and Chemicals, Inc.より入手可能）、

オルフィンSTG、オルフィンE1010（以上 日信化学社製 商品名）が挙げられる。界面活性剤の添加量はインク組成物全量に対して0.01～10重量%程度であり、より好ましくは0.1～5重量%程度が好ましい。

【0059】本発明においては、糖または糖の誘導体を添加してインク組成物を製造することが好ましい。糖または糖の誘導体の添加はインク組成物に保水性をもたらす。特に、ヒアルロン酸の塩またはその誘導体と組み合わせる用いることによって顕著な保水性を付与することができる。

【0060】糖の例としては、単糖類、二糖類、オリゴ糖類（三糖類および四糖類を含む）および多糖類があげられ、好ましくはグルコース、マンノース、フルクトース、リボース、キシロース、アラビノース、ガラクトース、アルドン酸、グルシトール、（ソルビット）、マルトース、セロビオース、ラクトース、スクロース、トレハロース、マルトトリオース、などがあげられる。ここで、多糖類とは広義の糖を意味し、アルギン酸、 $\alpha$ -シクロデキストリン、セルロースなど自然界に広く存在する物質を含む意味に用いることとする。また、これらの糖の誘導体としては、前記した糖類の還元糖（例えば、糖アルコール（一般式 $\text{HOCH}_2(\text{CHOH})_n\text{CH}_2\text{OH}$ （ここで、 $n=2\sim5$ の整数を表す）で表される）、酸化糖（例えば、アルドン酸、ウロン酸など）、アミノ酸、チオ糖などがあげられる。特に糖アルコールが好ましく、具体例としてはマルチトール、ソルビットなどが挙げられる。糖または糖の誘導体の添加量は、インク組成物全量に対して、0.1～40重量%程度が好ましく、より好ましくは2.5～20重量%程度である。

【0061】本発明においては、グリセリンを添加してインク組成物を製造することが好ましい。グリセリンの添加は記録ヘッドのノズル前面でのインク組成物の乾燥を有効に防止し、ノズルの目詰まりを防ぐ。グリセリン※30

\*の添加量はインク組成物全量に対して、5～40重量%程度であり、好ましくは10～20重量%程度が好ましい。

【0062】本発明においては、ノズルの目詰まり防止剤、防腐剤、酸化防止剤、導電率調整剤、pH調整剤、粘度調整剤、表面張力調整剤、酸塩基調整剤などを添加してインク組成物を製造することができる。

【0063】防腐剤・防かび剤の例としては、安息香酸ナトリウム、ペンタクロロフェノールナトリウム、2-ピリジンチオール-1-オキサイドナトリウム、ソルビン酸ナトリウム、デヒドロ酢酸ナトリウム、1,2-ジベンジソチアゾリン-3-オン（ICI社のプロキセルCR1、プロキセルBDN、プロキセルGXL、プロキセルXL-2、プロキセルTN）などがあげられる。

【0064】

【実施例】本発明の内容をより詳細に説明するために、下記の実施例を示すが、本発明の範囲はこれら実施例に限定して解釈されるものではない。なお、表中の数値は、言及がない限り重量%を表す。

#### 【0065】インク組成物の製造A1

##### 顔料分散液の製造A1

下記表A1で示される成分をサンドミル（安川製作所製）中でガラスビーズ（直径1.7mm、混合物の1.5倍量（重量））とともに2時間混合分散させて、顔料分散原液を製造した。その後、この顔料分散原液のうちの半量をクロスフロー膜濾過（膜濾過は限外濾過であり、濾膜は有効孔径0.5 $\mu\text{m}$ のものをを用いた）で濾過し、顔料分散液を得た。また、残りの半量はクロスフロー膜濾過を行うことなく、そのまま顔料分散液とした。

【0066】

表A1

	例A1/比較例A1	例A2/比較例A2	例A3/比較例A3
例A4/比較例A4			
C.I.Pigment Blue 15:3	15		
C.I.Pigment Red 122		15	
C.I.Pigment Yellow 128			18
カーボンブラック			20
水溶性樹脂（分散剤）	7.0	9.0	11
エチレングリコール	10	10	10
純水（残量）			

水溶性樹脂：スチレン-アクリル酸共重合体（分子重18000、酸価120）

【0067】下記表A2で示される成分を混合して、室温で20分間攪拌し、例A1～例A4および比較例A1※

※～A4のインク組成物を製造した。

表A2

顔料分散液	20重量%
グリセリン	10重量%
トリエチレングリコールモノブチルエーテル	8重量%

19

サーフィノール465

純水

20

1重量%

残量

顔料分散液：顔料分散液の製造Aで製造したものである

## 【0068】インク組成物の製造A2

下記表A3に示される成分を、サンドミル（安川製作所製）中でガラスビーズ（直径1.7mm、混合物の1.5倍量（重量））とともに2時間混合分散させて、インク原液を製造した。その後、このインク原液のうちの半量をクロスフロー膜濾過（膜濾過は限外濾過であり、濾膜は分画有効孔径0.5μmのものを用いた）で濾過

＊し、例A5～A8のインク組成物を得た。また、残りの半量を、カートリッジフィルターで加圧濾過し（有効孔径0.5μmのポリプロピレン製の濾膜、加圧は0.8kg/cm<sup>2</sup>であった）、比較例A5～A8のインク組成物を得た。

## 【0069】

表A3

	例A5/比較例A5	例A6/比較例A6	例A7/比較例A7
例A8/比較例A8			
C.I.Pigment Blue 15:3	2.0		
C.I.Pigment Red 122		3.0	
C.I.Pigment Yellow 128			3.5
カーボンブラック			3.5
水溶性樹脂（分散剤）	0.7	1.1	1.5
グリセリン	10	10	10
エチレングリコール	8	10	5
2-ピロリドン	4	2	1
トリエチレングリコール	2	5	5
モノブチルエーテル			10
サーフィノール465	1	1.1	0.7
純水（残量）			0.5

## 【0070】インク組成物における顔料の粒径A

例A1～A8および比較例A1～A8の各インク組成物※

※における顔料の粒径は、下記表A4で示す通りであった。

表A4

インク組成物	色	平均粒径（nm）	最大粒径（nm）
例A1	シアン	93	204
例A2	マゼンタ	88	204
例A3	イエロー	85	204
例A4	ブラック	99	204
例A5	シアン	93	204
例A6	マゼンタ	88	204
例A7	イエロー	85	204
例A8	ブラック	99	204
比較例A1	シアン	98	408
比較例A2	マゼンタ	101	408
比較例A3	イエロー	99	344
比較例A4	ブラック	99	408
比較例A5	シアン	93	344
比較例A6	マゼンタ	88	408
比較例A7	イエロー	85	289
比較例A8	ブラック	99	344

1）例A1～A4は顔料分散原液製造後にクロスフロー膜濾過を行った。

2）例A5～A8はインク組成物製造後にクロスフロー膜濾過を行った。

3）比較例A1～A4は顔料分散原液製造後にクロスフロー膜濾過を行わなかった。

4）比較例A5～A8はインク組成物製造後にカートリッジフィルター濾過を

行った。

#### 【0071】評価試験A

##### 評価A1：濾過性評価

例A5～A8および比較例A5～A8の各インク組成物200リットルを、濾過（濾過の際の流量を初期値毎分5リットルで設定した）を行った。この時の濾過性を濾過開始初期から最後まで流量損失によって、下記の基準により評価した。その結果は下記表A5に記載した通りであった。流量損失が小さい程、所望の平均粒径を有した顔料であることが分かる。

##### 評価基準

評価A：流量損失が10%未満であった。

評価B：流量損失が10%以上30%未満であった。

評価C：流量損失が30%以上50%未満であった。

評価D：流量損失が50%超過で濾過であった。

#### 【0072】評価A2：印刷安定性評価

インクジェットプリンタEM-900C（セイコーエプソン株式会社製）に、例A1～A8および比較例A1～A8の各インク組成物を充填し、インクジェット専用記録媒体（セイコーエプソン株式会社製、専用光沢フィルム）に印刷を行った。吐出インク量は1/360dpiあたり0.040μgとし、解像度は360×360dpiとした。上記のプリンタを、長期間にわたり、40℃、湿度30%で連続印刷を行って、ドット抜けおよびインクの飛び散りの有無を、下記の基準により評価した。その結果は下記表A5に記載した通りであった。

##### 評価基準

評価A：96時間経過時で、ドット抜けまたはインクの飛び散りの発生が10回未満であった。

評価B：72時間経過時で、ドット抜けまたはインクの飛び散りが10回未満発生し、96時間経過時で10回以上発生した。

評価C：48時間経過時で、ドット抜けまたはインクの飛び散りが10回未満発生し、72時間経過時で10回以上発生した。

評価D：24時間経過時で、ドット抜けまたはインクの飛び散りが10回未満発生し、48時間経過時で10回以上発生した。

評価E：24時間以内にドット抜けまたはインクの飛び散りが10回以上発生した。

#### 【0073】

#### \* 表A5

	評価A1	評価A2
例A1		A
例A2		A
例A3		A
例A4		A
例A5	A	A
例A6	A	A
例A7	A	A
例A8	A	A
比較例A1		C
比較例A2		D
比較例A3		D
比較例A4		C
比較例A5	C	C
比較例A6	C	C
比較例A7	C	C
比較例A8	C	D

#### 20 【0074】インク組成物の製造B

##### 顔料分散液の製造B

下記表B1で示される成分を、サンドミル（安川製作所製）中でガラスビーズ（直径1.7mm、混合物の1.5倍量（重量））とともに2時間混合分散させて、顔料分散原液を製造した。その後、この顔料分散原液のうちの半量を下記のクロスフロー膜濾過で濾過し、顔料分散液を得た。また、残りの半量をこのクロスフロー膜濾過で濾過することなく、そのまま顔料分散液とした。

#### 【0075】クロスフロー膜濾過

##### （1）第1段のクロスフロー膜濾過

上記で得られた顔料分散原液200リットルを、第1段のクロスフロー膜濾過（膜濾過は限外濾過であり、濾膜は分画有効孔径0.5μmのものをを用いた）で濾過し、膜を透過した液を回収した。第1段のクロスフロー膜濾過装置は、循環流量が20リットル/分、透過側流量が操作初期時において0.5リットル/分になるように、ポンプ出力および流路内圧力を調整した。

##### （2）第2段のクロスフロー限外濾過

上記（1）で回収した液を、第2段のクロスフロー膜濾過（膜濾過は限外濾過であり、濾膜は分画有効孔径0.01μmのものをを用いた）で濾過し、膜を透過しなかった液を顔料分散液として回収した。第2段のクロスフロー膜濾過装置は、循環流量が20リットル/分、透過側流量が操作初期時において0.01リットル/分になるように、ポンプ出力および流路内圧力を調整した。得られた顔料分散液は、顔料の種類に関係なく、180リットル程度であった。

#### 【0076】

表B1

例B1/比較例B1 例B2/比較例B2 例B3/比較例B3

## 例B4/比較例B4

## 顔料分

C.I.Pigment Blue 15:3	15			
C.I.Pigment Red 122		15		
C.I.Pigment Yellow 128			18	
カーボンブラック				20
水溶性樹脂(分散剤)	7.0	9.0	11	12
エチレングリコール	10	10	10	10
純水(残量)				
水溶性樹脂: スチレン-アクリル酸共重合体(分子量18000、酸価120)				

## 【0077】インク組成物の製造B1

\* 同様し、例B1～B4および比較例B1～B4のインク組成物を製造した。

下記表B2で示される成分を混合して、室温で20分間\*

## 表B2

顔料分散液	20重量%
グリセリン	10重量%
トリエチレングリコールモノブチルエーテル	8重量%
サフィノール465	1重量%
純水(残量)	

顔料分散液: 顔料分散液の製造Bで製造したものである

## 【0078】インク組成物の製造B2

下記表B3に示す成分を混合して、サンドミル(安川製作所製)中でガラスビーズ(直径1.7mm、混合物の1.5倍量(重量))とともに2時間分散させて、インク原液を製造した。その後、上記で製造したインク原液のうち、半量を下記のクロスフロー膜濾過で濾過し、例B5～B8のインク組成物とした。残りの半量をカートリッジフィルターで濾過(有効孔径0.5μmのポリプロピレン製の濾膜、加圧は0.8kg/cm<sup>2</sup>であった)し、比較例B5～B8のインク組成物とした。

## 【0079】クロスフロー膜濾過

## (1) 第1段のクロスフロー膜濾過

上記で得られたインク原液200リットルを、第1段のクロスフロー膜濾過(膜濾過は限外濾過であり、濾膜は分画有効孔径0.5μmのものをを用いた)で濾過し、濾膜※

※を透過した液を回収した。第1段のクロスフロー膜濾過は、循環流量が20リットル/分、透過側流量が操作初期時において0.5リットル/分になるように、ポンプ出力および濾路内圧力を調整した。

## (2) 第2段のクロスフロー膜濾過処理

上記(1)で回収した液を、さらに第2段のクロスフロー膜濾過(膜濾過は限外濾過であり、濾膜は分画有効孔径0.1μmのものをを用いた)で濾過し、濾膜を透過しなかった液をインク組成物として回収した。第2段のクロスフロー膜濾過は、循環流量が20リットル/分、透過側流量が操作初期時において0.1リットル/分になるように、ポンプ出力および濾路内圧力を調整した。得られたインク組成物は、顔料の種類に関係なく、180リットル程度であった。

## 【0080】

## 表B3

	シアン	マゼンタ	イエロー	ブラック
顔料分				
C.I.Pigment Blue 15:3	2.0			
C.I.Pigment Red 122		3.0		
C.I.Pigment Yellow 128			3.5	
カーボンブラック				3.5
水溶性樹脂(分散剤)	0.7	1.1	1.5	1.4
グリセリン	10	10	10	10
エチレングリコール	8	10	5	4
2-ピロリドン	4	2	1	-
トリエチレングリコール	2	5	5	10
モノブチルエーテル				
サフィノール465	1	1.1	0.7	0.5

## 純水(質量)

水溶性樹脂：スチレン-アクリル酸共重合体(分子重18000、酸120)

【0081】インク組成物における顔料の粒径B  
インク組成物の製造B1およびB2で製造したインク組成物における顔料の粒径等は、下記表B4で示す通りであった。表B4中、粒径の単位はnmである。

表B4

インク組成物	色	平均粒径
例B1	シアン	85
例B2	マゼンタ	90
例B3	イエロー	79
例B4	ブラック	95
例B5	シアン	85
例B6	マゼンタ	88
例B7	イエロー	81
例B8	ブラック	98
比較例B1	シアン	89
比較例B2	マゼンタ	90
比較例B3	イエロー	85
比較例B4	ブラック	100
比較例B5	シアン	88
比較例B6	マゼンタ	88
比較例B7	イエロー	82
比較例B8	ブラック	99

1) 例B1～B4は顔料分散原液製造後にクロスフロー膜濾過を行った。

2) 例B5～B8はインク組成物製造後にクロスフロー膜濾過を行った。

3) 比較例B1～B4は顔料分散原液製造後にクロスフロー膜濾過を行わなかった。

4) 比較例B5～B8はインク組成物製造後にカートリッジフィルター濾過を行った。

## 【0082】評価試験B

インクジェットプリンタEM-900C(セイコーエプソン株式会社製)に、上記で製造した例B1～B8および比較例B1～B8のインク組成物を充填し、インクジェット専用記録媒体(セイコーエプソン株式会社製、専用光沢フィルム)に印刷を行った。吐出インク量は1/360dpiあたり0.040μgとし、解像度は360×360dpiとした。

## 【0083】評価B1：印刷安定性評価

表B5

インクセット	インク組成物	評価A1	評価A2			
			L'	b'	a'	C'
1	例A1	A	29.8	-25.3	-15.5	29.7
	例A2	A				
	例A3	A				
	例A4	A				
	例A5	A				

\* 上記のプリンタを、長期間にわたり、40℃、湿度30%で連続印刷を行って、ドット抜けおよびインクの飛び散りの有無を、下記の基準により評価した。その結果は下記表B5に記載した通りであった。

## 評価基準

評価A：96時間経過時で、ドット抜けまたはインクの飛び散りの発生が10回未満であった。

10 評価B：72時間経過時で、ドット抜けまたはインクの飛び散りが10回未満発生し、96時間経過時で10回以上発生した。

評価C：48時間経過時で、ドット抜けまたはインクの飛び散りが10回未満発生し、72時間経過時で10回以上発生した。

評価D：24時間経過時で、ドット抜けまたはインクの飛び散りが10回未満発生し、48時間経過時で10回以上発生した。

## 【0084】評価B2：色再現性評価

20 例B1～B8および比較例B1～B8のインク組成物を下記表B5に示したようにインクセット1～4とした。これらのインクセット1～4を上記インクジェットプリンタに充填し、インクジェット専用記録媒体に、シアン、マゼンタ、イエロー、ブラックの各色を40% dutyずつ等量を出力し、ベタパターンで濃グレー色画像を形成させて、その彩度を測定して評価した。彩度の測定はMacbeth CE-7000分光光度計(Macbeth社製)で測定し、CIEで規定されている色差表示法のL' a' b' 表色系の座標を求めた。上記のデータから下記の式(II)により彩度C'を求め、これを評価の定数値とした。L'、a'、b'および彩度C'の測定値は下記の表B5に示し通りであった。

$$C' = \{ (a')^2 + (b')^2 \}^{1/2} \quad (II)$$

彩度C'が高い値を示すほど鮮明な画像が得られることを示す。特に、混色部分における色の彩度は、画像の影のような暗部において、色再現性が高いことを示す。明度L'が高い値を示すほど、同一のduty値(打ち込み量)において、より明るい色を出力することができることを示す。このことは、色再現性の自由度が大きいことを示す。

## 【0085】

\*

27		(15)		28			
2	例A 6	A		26.2	-19.7	-14.5	24.7
	例A 7	A					
	例A 8	A					
3	比較例A 1	C					
	比較例A 2	D		30.1	-24.5	-15.2	28.8
	比較例A 3	D					
	比較例A 4	C					
4	比較例A 5	C					
	比較例A 6	C		27.0	-18.2	-14.1	23.0
	比較例A 7	B					
	比較例A 8	B					

## 【図面の簡単な説明】

【図1】図1は、クロスフロー膜透過装置の全体図である。

【図2】図2は、クロスフロー膜透過装置の膜透過部の拡大図である。

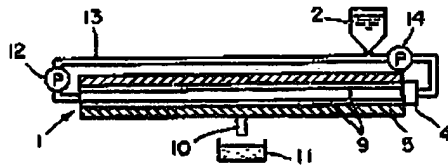
【図3】図3は、第1段のクロスフロー膜透過装置と第\*

\* 2段のクロスフロー膜透過装置からなる本発明の方法を再現できる装置の概略図である。

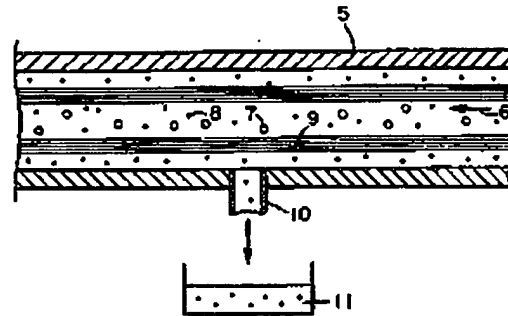
【図4】図4は、第1段のクロスフロー膜透過装置の膜透過部の拡大図である。

【図5】図5は、第2段のクロスフロー膜透過装置の膜透過部の拡大図である。

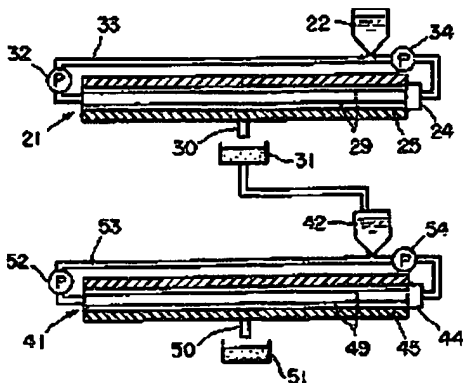
【図1】



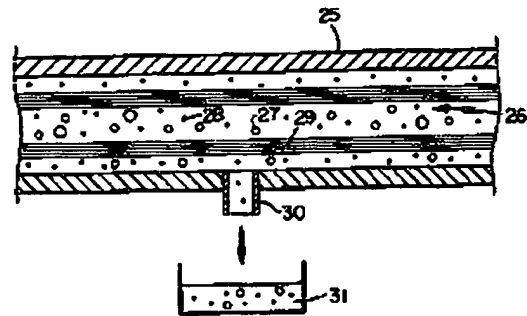
【図2】



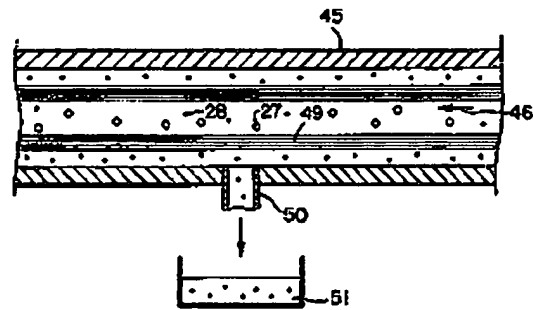
【図3】



【図4】



【図5】




---

フロントページの続き

F ターム(参考) 2C056 FC01 FC02

2H086 BA02 BA55 BA59 BA60

4J037 AA02 AA15 AA22 AA30 CB07

CB09 CB21 CC01 CC02 CC11

CC13 CC15 CC16 CC25 DD23

DD24 EE21 EE28 EE33 EE43

FF15

4J039 AB01 AB02 AD03 BA04 BA13

BA35 BA37 BC00 BC07 BC09

BC10 BC11 BC13 BC34 BC35

BC50 BC52 BE01 BE12 BE22

CA06 EA41 EA44 GA24



# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

# D2A

(11)Publication number : 2002-194263

(43)Date of publication of application : 10.07.2002

(51)Int.Cl.

C09D 17/00  
B41J 2/01  
B41M 5/00  
C09D 11/00

(21)Application number : 2001-279260 (71)Applicant : SEIKO EPSON CORP

(22)Date of filing : 14.09.2001 (72)Inventor : SANO TSUYOSHI  
KOJIMA TERUHITO

(30)Priority

Priority number : 2000281348 Priority date : 18.09.2000 Priority country : JP  
2000316555 17.10.2000 JP

(54) PRODUCTION METHOD FOR PIGMENT DISPERSION

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a production method for a pigment dispersion which enables an ink composition excellent in delivery stability and capable of giving a good image, especially an image excellent in color reproducibility, to be realized.

SOLUTION: This method for producing a pigment dispersion containing a pigment having an adjusted average particle size comprises the step of dispersing a pigment in a solvent to prepare a crude pigment dispersion, the step of subjecting the crude pigment dispersion to the first cross-flow membrane filtration to recover a liquid which has not permeated through a filtration membrane, and the step of subjecting the dispersion to the second cross-flow membrane filtration to recover a liquid which has permeated through a filtration membrane as the objective pigment dispersion. The average pore size of the filtration membrane of the first cross-flow membrane filtration is smaller than that of the filtration membrane of the second cross-flow membrane filtration.

**\* NOTICES \***

JPO and INPIT are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

**CLAIMS**

[Claim(s)]

[Claim 1] How to be a manufacturing method of pigment dispersion liquid with which mean particle diameter of paints was adjusted, to make a solvent distribute said paints, prepare a pigment dispersion undiluted solution, give this undiluted solution to cross-flow membrane filtration, and include collecting liquid which did not penetrate liquid which penetrated a filter diaphragm, or a filter diaphragm as pigment dispersion liquid.

[Claim 2] A way according to claim 1 said membrane filtration is micro filtration or an ultrafiltration.

[Claim 3] A way according to claim 1 or 2 average pore sizes of a filter diaphragm of said membrane filtration are 1 nm - 1 micrometer.

[Claim 4] A way according to any one of claims 1 to 3 distribution of said paints is what is performed with a polymers dispersing agent or a surface-active agent.

[Claim 5] Pigment dispersion liquid manufactured by a method according to any one of claims 1 to 4.

[Claim 6] An ink composition containing pigment dispersion liquid manufactured by a method according to any one of claims 1 to 5.

[Claim 7] The ink composition according to claim 6 in which an ink composition is used for an ink jet recording method.

[Claim 8] Are a manufacturing method of pigment dispersion liquid with which mean particle diameter of paints was adjusted, and make a solvent distribute said paints and a pigment dispersion undiluted solution is prepared, Liquid which gave this undiluted solution to cross-flow membrane filtration of the 1st step, collected liquid which penetrated a filter diaphragm, gave this liquid to cross-flow membrane filtration of the 2nd step, and did not penetrate a filter diaphragm including collecting as pigment dispersion liquid here, A method whose average pore size of a filter diaphragm of cross-flow membrane filtration of the 1st step is larger than an average pore size of a filter diaphragm of cross-flow membrane filtration of the 2nd step.

[Claim 9] Are a manufacturing method of pigment dispersion liquid with which mean particle

diameter of paints was adjusted, and make a solvent distribute said paints and a pigment dispersion undiluted solution is prepared, Liquid which gave this undiluted solution to cross-flow membrane filtration of the 1st step, collected liquid which did not penetrate a filter diaphragm, gave this liquid to cross-flow membrane filtration of the 2nd step, and penetrated a filter diaphragm including collecting as pigment dispersion liquid here, A method whose average pore size of a filter diaphragm of cross-flow membrane filtration of the 1st step is smaller than an average pore size of a filter diaphragm of cross-flow membrane filtration of the 2nd step.

[Claim 10]A way according to claim 8 or 9 said membrane filtration is micro filtration or an ultrafiltration.

[Claim 11]A way according to claim 8 an average pore size of a filter diaphragm of cross-flow membrane filtration of the 1st step is 0.05-1 micrometer, and an average pore size of a filter diaphragm of cross-flow membrane filtration of the 2nd step is 0.001-0.1 micrometer.

[Claim 12]A way according to claim 9 an average pore size of a filter diaphragm of cross-flow membrane filtration of the 1st step is 0.001-0.1 micrometer, and an average pore size of a filter diaphragm of cross-flow membrane filtration of the 2nd step is 0.05-1 micrometer.

[Claim 13]A way according to any one of claims 8 to 12 distribution of said paints is what is performed with a polymers dispersing agent or a surface-active agent.

[Claim 14]A method according to any one of claims 8 to 13 which it comes to prepare at within the limits whose mean particle diameter of paints is 10-300 nm.

[Claim 15]An ink composition containing pigment dispersion liquid manufactured by a method according to any one of claims 8 to 14.

[Claim 16]The ink composition according to claim 15 in which an ink composition is used for an ink jet recording method.

[Claim 17]Are paints, a dispersing agent, and a water soluble organic solvent a manufacturing method of an ink composition included at least, and Paints, How to prepare an ink undiluted solution which contains a dispersing agent and a water soluble organic solvent at least, give this undiluted solution to cross-flow membrane filtration, and include collecting liquid which did not penetrate liquid which penetrated a filter diaphragm, or a filter diaphragm as an ink composition.

[Claim 18]A way according to claim 17 said membrane filtration is micro filtration or an ultrafiltration.

[Claim 19]A way according to claim 17 or 18 average pore sizes of a filter diaphragm of said membrane filtration are 1 nm - 1 micrometer.

[Claim 20]A way according to any one of claims 17 to 19 said dispersing agent is a polymers dispersing agent or a surface-active agent.

[Claim 21]An ink composition manufactured by a method according to any one of claims 17 to 20.

[Claim 22]The ink composition according to claim 21 which is that by which an ink composition is used for an ink jet recording method.

[Claim 23] Are paints, a dispersing agent, and a water soluble organic solvent a manufacturing method of an ink composition included at least, and Paints, An ink undiluted solution which contains a dispersing agent and a water soluble organic solvent at least is prepared, Liquid which gave this undiluted solution to cross-flow membrane filtration of the 1st step, collected liquid which penetrated a filter diaphragm, gave this liquid to cross-flow membrane filtration of the 2nd step, and did not penetrate a filter diaphragm including collecting as an ink composition here, A method whose average pore size of a filter diaphragm of cross-flow membrane filtration of the 1st step is larger than an average pore size of a filter diaphragm of cross-flow membrane filtration of the 2nd step.

[Claim 24] Are paints, a dispersing agent, and a water soluble organic solvent a manufacturing method of an ink composition included at least, and Paints, An ink undiluted solution which contains a dispersing agent and a water soluble organic solvent at least is prepared, Liquid which gave this undiluted solution to cross-flow membrane filtration of the 1st step, collected liquid which did not penetrate a filter diaphragm, gave this liquid to cross-flow membrane filtration of the 2nd step, and penetrated a filter diaphragm including collecting as an ink composition here, A method whose average pore size of a filter diaphragm of cross-flow membrane filtration of the 1st step is smaller than an average pore size of a filter diaphragm of cross-flow membrane filtration of the 2nd step.

[Claim 25] A way according to claim 23 or 24 said membrane filtration is micro filtration or an ultrafiltration.

[Claim 26] A way according to claim 23 an average pore size of a filter diaphragm of cross-flow membrane filtration of the 1st step is 0.05-1 micrometer, and an average pore size of a filter diaphragm of cross-flow membrane filtration of the 2nd step is 0.001-0.1 micrometer.

[Claim 27] A way according to claim 24 an average pore size of a filter diaphragm of cross-flow membrane filtration of the 1st step is 0.001-0.1 micrometer, and an average pore size of a filter diaphragm of cross-flow membrane filtration of the 2nd step is 0.05-1 micrometer.

[Claim 28] A method according to any one of claims 23 to 27 which it comes to prepare at within the limits whose mean particle diameter of said paints is 10-300 nm.

[Claim 29] A way according to any one of claims 23 to 28 said dispersing agent is a polymers dispersing agent or a surface-active agent.

[Claim 30] An ink composition manufactured by a method according to any one of claims 23 to 29.

[Claim 31] The ink composition according to claim 30 which is that by which an ink composition is used for an ink jet recording method.

---

[Translation done.]

\* NOTICES \*

JPO and INPIT are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Background of the Invention] Field this invention of an invention relates to the manufacturing method of the pigment dispersion liquid with which the mean particle diameter of paints was adjusted.

[0002] A background art ink jet recording method is a printing method which makes the glob of an ink composition fly and prints by making it adhere to recording media, such as paper. This method has the feature that high resolution and a high-definition picture can be printed with a comparatively cheap device at high speed.

[0003] As for the ink composition used for ink jet recording, what used water as the main ingredients and contained wetting agents, such as glycerin, for the purpose, such as a coloring component and prevention from blinding, in this is common. As colorant used for the ink composition for ink jet recording, many water soluble dye is used from the reasons of solubility etc. to the abundance of the kind of coloring material which can carry out height and use of the chroma saturation of a coloring material, and water.

[0004] On the other hand, paints are excellent in lightfastness and a water resisting property compared with the color.

In recent years, use is considered as colorant of the ink composition for ink jet recording in order to improve lightfastness and a water resisting property.

Generally, when using paints for a drainage system ink composition, paints carry out mixture dispersion of the paints with the resin etc. which are called a dispersing agent, and since it is insoluble to water, after carrying out stable dispersion to water, they need to prepare them as an ink composition. In order for paints to distribute stably to a drainage system solvent, it is necessary to examine the kind of paints, particle diameter and the kind of resin, a dispersion means, etc., and the dispersion method of the former many and the manufacturing method of the ink for ink jet recording are proposed.

[0005] If it is in manufacture of an ink composition, after mixing a water soluble organic solvent with paints and a dispersing agent with a suitable dispersion machine or mixer if

needed, it is common to filter and to remove a coarse particle and an unnecessary substance. For example, in JP, 10-287836, A, after making resin stick to carbon black, the manufacturing method of the ink jet ink removing with an ultrafiltration at least some resin which is not sticking to carbon black is proposed.

[0006] However, as far as this invention person gets to know, the manufacturing method which obtains the pigment dispersion liquid which removed big and rough paints particles using membrane filtration, and in which the mean particle diameter of paints was prepared is not yet proposed.

[0007]

[Summary of Invention] According to filtration by cross-flow membrane filtration, this invention persons acquired the knowledge that the good pigment dispersion liquid adjusted to the range with constant mean particle diameter of paints could be manufactured efficiently, this time. This invention persons acquired knowledge that the picture excellent in discharging stability and color reproduction nature is realizable, when the pigment dispersion liquid obtained by this manufacturing method was used for an ink composition. This invention is based on this knowledge.

[0008] Therefore, this invention sets offer of the manufacturing method of the pigment dispersion liquid which can realize the ink composition which is excellent in discharging stability and makes possible a good picture and the picture which was especially excellent in color reproduction nature as the purpose.

[0009] And according to the first mode of this invention, it is provided by the manufacturing method of the pigment dispersion liquid with which the mean particle diameter of paints was adjusted, and this method, A solvent is made to distribute said paints, a pigment dispersion undiluted solution is prepared, this undiluted solution is given to cross-flow membrane filtration, and it includes collecting the liquid which did not penetrate the liquid which penetrated the filter diaphragm, or a filter diaphragm as pigment dispersion liquid.

[0010] According to the second mode of this invention, it is provided by the manufacturing method of the pigment dispersion liquid with which the mean particle diameter of paints was adjusted, and this method, Make a solvent distribute said paints, prepare a pigment dispersion undiluted solution, and this undiluted solution is given to the 1st cross-flow membrane filtration, The average pore size of the filter diaphragm of the 1st cross-flow membrane filtration is larger than the average pore size of the filter diaphragm of the 2nd cross-flow membrane filtration here including collecting the liquid which penetrated the filter diaphragm and collecting the liquid which gave this liquid to the 2nd cross-flow membrane filtration, and did not penetrate a filter diaphragm as pigment dispersion liquid.

[0011] According to the third mode of this invention, it is provided by the manufacturing method of the pigment dispersion liquid with which the mean particle diameter of paints was adjusted, and this method, Make a solvent distribute said paints, prepare a pigment dispersion undiluted solution, and this undiluted solution is given to the cross-flow membrane filtration of the 1st step, The liquid which collected the liquid which did not

penetrate a filter diaphragm, gave this liquid to the cross-flow membrane filtration of the 2nd step, and penetrated the filter diaphragm including collecting as pigment dispersion liquid here. The average pore size of the filter diaphragm of the cross-flow membrane filtration of the 1st step is smaller than the average pore size of the filter diaphragm of the cross-flow membrane filtration of the 2nd step.

[0012]

[Detailed Description of the Invention]The pigment dispersion undiluted solution by preparation this invention of the manufacture a pigment dispersion undiluted solution of pigment dispersion liquid carries out mixture dispersion of paints and the solvent, and is prepared. As a method of carrying out mixture dispersion of paints and the solvent, can use a conventional means, and as the example, The method of carrying out mixture dispersion with a dispersion machine / mixers (for example, a ball mill, a sand mill, attritor, a roll mill, an agitator mill, a Henschel mixer, a colloid mill, an ultrasonic homogenizer, a jet mill, one GUMIRU, etc.) is mentioned.

[0013]b) If it is in the manufacturing method of the pigment dispersion liquid in membrane filtration this invention, give the prepared pigment dispersion undiluted solution to cross-flow membrane filtration.

[0014]In this invention, "membrane filtration" contacts an undiluted solution to a filter diaphragm, it is contacted, applying a pressure preferably, and means the operation divided into the ingredient which penetrates a filter diaphragm, and the ingredient which is not penetrated. As membrane filtration, although an ultrafiltration, micro filtration, osmosis, reverse osmosis, dialysis, etc. are mentioned, if it is in this invention, an ultrafiltration and micro filtration are preferred. It is in this invention and membrane filtration is performed in the mode of a cross flow. A "cross flow" means the operation make it an undiluted solution flow into the shaft orientations of a filter diaphragm, and filtrate crosses a filter diaphragm, and it was made to move in membrane filtration.

[0015]As for an available filter diaphragm, a poly membrane, ceramic membrane, etc. are mentioned in this invention. As an example of a poly membrane, cellulose, a nitrocellulose, poly vinyl alcohol, VCM/PVC, nylon, polyester, polyethylene, poly SARUHON, polyether sulphone, etc. are mentioned. An alumina porosity filter diaphragm is mentioned as an example of ceramic membrane. The gestalt of a filter diaphragm can be suitably determined in consideration of a service condition, for example, tubular, hollow shape, plate-like, the shape of a hollow filament, and the gestalt of \*\* are mentioned.

[0016]It is in this invention, the filter diaphragm can use a commercial thing, and the ultra filtration systems "Minitan" (made by Millipore Corp.), such as a fill ton ultrafiltration system "Sentra mate" (made by a pole company), are mentioned as the example.

[0017]According to the membrane filtration in the first mode of membrane filtration this invention in the first mode of this invention, the manufacturing method of the pigment dispersion liquid which adjusted the mean particle diameter of paints with cross-flow membrane filtration is provided. The first mode of this invention gives a pigment dispersion

undiluted solution to cross-flow membrane filtration, and collects them as pigment dispersion liquid which did not penetrate the liquid which penetrated the filter diaphragm, or a filter diaphragm.

[0018]It is in the first mode of this invention, and although the average pore size of the filter diaphragm of cross-flow membrane filtration may be suitably determined in consideration of the mean particle diameter of desired paints, the ranges of it are 1 nm - about 1 micrometer.

It is the range of about 0.01-1 micrometer preferably.

By performing membrane filtration using this filter diaphragm, the range whose mean particle diameter of paints is about 10-300 nm, and the pigment dispersion liquid preferably adjusted to the range of about 10-200 nm can be obtained. Time to perform cross-flow membrane filtration, application of pressure, etc. can be suitably determined in consideration of the particle diameter of the paints to filter, cohesiveness, etc.

[0019]In the first mode of this invention, a pigment dispersion undiluted solution is given to cross-flow membrane filtration, and may give again the residual liquid which did not penetrate the filter diaphragm to cross-flow membrane filtration with a new pigment dispersion undiluted solution by a case. Similarly, a pigment dispersion undiluted solution is given to cross-flow membrane filtration, and may give again the liquid which penetrated the filter diaphragm to cross-flow membrane filtration with a new pigment dispersion undiluted solution by a case.

[0020]Drawing 1 and drawing 2 explain the manufacturing method of the pigment dispersion liquid by the first mode of this invention. Drawing 1 shows the cross-flow membrane filtration apparatus 1. According to this device, a pigment dispersion undiluted solution is introduced in the filter diaphragm 9 of the filtration pipe 5 from the inlet 4 by the pressure pump 14 from the original liquid pool 2. Next, a pigment dispersion undiluted solution flows in the direction of the arrow 6, and the paints particles 7 and 8 move it to the surface of the filter diaphragm 9 as shown in drawing 2. Since pressure up of the inside of the filter diaphragm 9 is carried out, a pigment dispersion undiluted solution is pressurized in the direction which crosses the filter diaphragm 9. The pigment dispersion undiluted solution which flows in parallel with the filter diaphragm 9 always washes a filter diaphragm side, and prevents cake formation of paints, and blinding of a filter diaphragm. The undiluted solution containing the paints particles 8 smaller than the average pore size of the filter diaphragm 9 passes the filter diaphragm 9, and can store it to the liquid pool 11 through the outlet 10. The liquid containing the larger paints particles 7 than the average pore size of the filter diaphragm 9 is attracted by the suction pump 12. This liquid passes along the circulation pipe 13, and is again given to cross-flow membrane filtration with a pigment dispersion undiluted solution by the pressure pump 14. the liquid which was able to collect desired pigment dispersion liquid to the liquid pool 11 according to the first mode of this invention – or it is either of the liquid which remains in the filter diaphragm of cross-flow membrane filtration.



[0021]According to the second and third modes of membrane filtration this invention in the second and third modes of this invention, the manufacturing method of the pigment dispersion liquid with which the mean particle diameter of paints was adjusted is provided by the cross-flow membrane filtration of the 1st step and the 2nd step.

[0022]According to the second mode of this invention, the average pore size of the filter diaphragm of the cross-flow membrane filtration of the 1st step is larger than the average pore size of the filter diaphragm of the cross-flow membrane filtration of the 2nd step. For this reason, if a pigment dispersion undiluted solution is given to the cross-flow membrane filtration of the 1st step, the liquid containing paints particles smaller than the average pore size of that filter diaphragm will penetrate a filter diaphragm. If this transmitted liquid is given to the cross-flow membrane filtration of the 2nd step, the liquid containing paints particles smaller than the average pore size of that filter diaphragm will penetrate a filter diaphragm, and will be discharged, and the liquid containing larger paints particles than the average pore size of that filter diaphragm will remain in that filter diaphragm. This liquid is desired pigment dispersion liquid.

[0023]According to the second mode of this invention, the average pore size of the filter diaphragm of the cross-flow membrane filtration of the 1st step is smaller than the average pore size of the cross-flow membrane filtration of the 2nd step. For this reason, if a pigment dispersion undiluted solution is given to the cross-flow membrane filtration of the 1st step, the liquid containing larger paints particles than the average pore size of that filter diaphragm does not penetrate a filter diaphragm, but will remain in a filter diaphragm and will be collected. If this liquid is given to the cross-flow membrane filtration of the 2nd step, in that filter diaphragm, larger paints particles than the average pore size of that filter diaphragm will remain, and the liquid containing paints particles smaller than the average pore size of that filter diaphragm will be collected. This liquid is desired pigment dispersion liquid.

[0024]It is in the second and third modes of this invention, and the average pore size of the filter diaphragm of cross-flow membrane filtration is fitted to the mean particle diameter of the paints to adjust, and can be determined suitably. The second mode of this invention is when the average pore size of the filter diaphragm of the cross-flow membrane filtration of the 1st step is larger than the average pore size of the filter diaphragm of the cross-flow membrane filtration of the 2nd step. In this case, the average pore sizes of the filter diaphragm of the cross-flow membrane filtration of the 1st step are the range of about 0.05-1 micrometer, and a range which is about 0.2-1 micrometer preferably.

The average pore sizes of the filter diaphragm of the cross-flow membrane filtration of the 2nd step are the range of about 0.001-0.1 micrometer, and a range which is about 0.01-0.1 micrometer preferably.

By performing cross-flow membrane filtration of the 1st step and the 2nd step using such a filter diaphragm, the range whose mean particle diameter of paints is about 10-300 nm, and the pigment dispersion liquid preferably adjusted to the range of about 10-200 nm can be

obtained. The third mode of this invention is when the average pore size of the filter diaphragm of the cross-flow membrane filtration of the 1st step is smaller than the average pore size of the filter diaphragm of the cross-flow membrane filtration of the 2nd step. That is, the cross-flow membrane filtration of the 1st step and the cross-flow membrane filtration of the 2nd step become reverse. [ in / in the third mode of this invention / the second mode of this invention ] Therefore, the average pore size of the filter diaphragm of the cross-flow membrane filtration of the 1st step and the 2nd step in the third mode of this invention may be the same as that of the numerical value of the average pore size of the filter diaphragm of the cross-flow membrane filtration of the 2nd step and the 1st step explained in the second mode of this invention. In the second and third modes of this invention, time to perform cross-flow membrane filtration of the 1st step and the 2nd step, application of pressure, etc. can be suitably determined in consideration of the particle diameter of the paints to filter, cohesiveness, etc.

[0025] Drawing 3, drawing 4, and drawing 5 explain the second mode of this invention. The device of the upper part of drawing 3 shows the cross-flow membrane filtration apparatus 21 of the 1st step. According to this device 21, a pigment dispersion undiluted solution is introduced in the filter diaphragm 29 of the filtration pipe 25 from the inlet 24 by the pressure pump 34 from the original liquid pool 22. Then, a pigment dispersion undiluted solution flows in the direction of the arrow 26, and is moved to the surface of the filter diaphragm 29 as shown in drawing 4 (enlarged drawing of the membrane filtration part of the device 1). Since pressure up of the inside of the filter diaphragm 29 is carried out, a pigment dispersion undiluted solution is pressurized in the direction which crosses the filter diaphragm 29. The pigment dispersion undiluted solution which flows in parallel with the filter diaphragm 29 always washes a filter diaphragm side, and prevents cake formation of paints, and blinding of a filter diaphragm. The liquid containing the paints particles 27 and 28 smaller than the average pore size of the filter diaphragm 29 passes the filter diaphragm 29, and can store it to the liquid pool 31 through the outlet 30. Then, this liquid is sent to the original liquid pool 42 of the cross-flow membrane filtration apparatus 41 of the 2nd step shown in the lower part of drawing 3 from the liquid pool 31. Large paints particles are attracted by the suction pump 32 with the undiluted solution which remains as shown in the upper part of drawing 3. The attracted liquid passes along the circulation pipe 33, by the pressure pump 34, is introduced into the cross-flow membrane filtration of the 1st step, and is again given to cross-flow membrane filtration.

[0026] The device of the lower part of drawing 3 shows the cross-flow membrane filtration apparatus 41 of the 2nd step. According to this device, an undiluted solution is introduced in the filter diaphragm 49 of the filtration pipe 45 from the inlet 44 by the pressure pump 54 from the original liquid pool 42. Next, an undiluted solution flows in the direction of the arrow 46, and is moved to the surface of the filter diaphragm 49 as shown in drawing 5 (enlarged drawing of the membrane filtration part of the device 41). Since pressure up of the inside of the filter diaphragm 49 is carried out, an undiluted solution is pressurized in the

direction which crosses the filter diaphragm 49. The liquid which flows in parallel with the filter diaphragm 49 always washes a filter diaphragm side, and prevents cake formation of paints, and blinding of a filter diaphragm. And the undiluted solution containing the paints particles 28 smaller than the average pore size of the filter diaphragm 49 passes the filter diaphragm 49, and is collected and discharged by the liquid pool 51 through the outlet 50. The undiluted solution containing the larger paints particles 27 than the average pore size of the filter diaphragm 49 is attracted by the suction pump 52 as shown in the lower part of drawing 3. This attracted liquid passes along the circulation pipe 53, by the pressure pump 54, is introduced into the crossing cross-flow membrane filtration of the 2nd step, and is again given to cross flow filtration. When it is able to check that the paints particles 28 do not exist in the liquid pool 51, the cross-flow-filtration device 41 of the 2nd step is suspended, and the liquid containing the paints particles 27 which exist in the circuit is collected. The collected liquid is desired pigment dispersion liquid.

[0027]In the third mode of this invention, the cross-flow membrane filtration apparatus 41 of the 2nd step shown in the lower part of drawing 3 turns into a cross-flow membrane filtration apparatus of the 1st step. The cross-flow membrane filtration 21 of the 1st step shown in the upper part of drawing 3 serves as a cross-flow membrane filtration apparatus of the 2nd step, and desired pigment dispersion liquid can be prepared (the concrete procedure is not shown in drawing 3).

[0028]c) The paints in particular used for the manufacturing method of the pigment dispersion liquid by paints this invention are not limited, but can use both an inorganic pigment and an organic color. In addition to titanium oxide and iron oxide, as an inorganic pigment, the carbon black manufactured by publicly known methods, such as the contacting method, the fur nesting method, and thermal \*\*, can be used. moreover -- as an organic color -- an azo pigment (an azo rake and insoluble azo pigment.) The polycyclic type paints containing a disazo condensation pigment, a chelate azo pigment, etc. for example, phthalocyanine pigment, perylene pigment, and peri non -- paints and anthraquinone paints. Color chelate (for example, basic stain type chelate, acid dye type chelate, etc.) and nitro paints, such as a quinacridone pigment, dioxazine paints, thioindigo paints, an isoindolinone pigment, and kino FURARON paints, nitroso paints, aniline black, etc. can be used.

[0029]As carbon black used as black ink, Mitsubishi Chemical 2300 [ No.], No.900, MCF88, No.33, No.40, No.45, No.52, MA7, MA8, MA100, No2200B, etc., Colombia5750 [ Raven], Raven5250, Raven5000, Raven3500, Raven1255, Raven700, etc., Regal 400R,Regal 330R,Regal 660R,Mogul L,Monarch 700, Monarch 800, Monarch 880, Monarch 900, Monarch 1000, Monarch by Cabot Corp. 1100, Monarch1300, Monarch 1400, etc., Degussa Color Black FW1,Color BlackFW2, Color Black FW2V, Color Black FW18, Color Black FW200, Color BlackS150,Color Black S160 and Color Black. S170, Printex 35, and PrintexU, Printex V, Printex 140U, Special Black 6, Special Black 5, Special Black 4A, and Special Black 4 grade can be used.

[0030]As paints used for yellow ink, C.I.Pigment Yellow 1, C.I.Pigment Yellow 2, C.I.Pigment Yellow 3, C.I.Pigment Yellow 12, C.I.Pigment Yellow 13, C.I. Pigment Yellow 14C, C. I.Pigment. Yellow 16 and C.I.Pigment. Yellow 17 and C.I.Pigment. Yellow 73 and C.I.Pigment. Yellow. 74, C.I.Pigment Yellow 75, C.I.Pigment Yellow 83, C.I.Pigment Yellow 93, C.I.Pigment Yellow95, C.I.Pigment Yellow97, C.I. Pigment Yellow 98, C. I.Pigment Yellow 109, C.I.Pigment Yellow 110, C.I.Pigment Yellow114, C.I.Pigment Yellow128, C.I.Pigment Yellow129, C.I.Pigment. Yellow138 and C.I.Pigment. Yellow150 and C.I.Pigment. Yellow151, C.I.Pigment Yellow154, C.I.Pigment Yellow155, C.I.Pigment Yellow180, and C.I.Pigment Yellow185 grade are mentioned.

[0031]As paints used for magenta ink. \*\*, C.I.Pigment Red 5, C.I.Pigment Red 7, C.I.Pigment Red 12, C.I.Pigment Red 48(Ca), C.I.Pigment Red 48(Mn), C.I.Pigment Red 57(Ca), C.I.Pigment Red 57:1, C.I.Pigment Red112, C.I.Pigment Red 122, C.I.Pigment Red 123, C.I.Pigment Red. 168, C.I.Pigment Red 184, C.I.Pigment Red 202, etc. are mentioned.

[0032]As paints used for cyan ink. \*\*, C.I.Pigment Blue 1, C.I.Pigment Blue 2, C.I.Pigment Blue 3, C.I.Pigment Blue 15:3, C.I.Pigment Blue 15:34, C. I.Pigment Blue 16, C.I.Pigment Blue 22, C.I.Pigment Blue 60, C.I.Vat Blue 4, and C.I.Vat Blue 60 are mentioned.

[0033]d) If it is in solvent this invention, distribute a solvent, although a pigment dispersion undiluted solution is prepared, and perform paints to it. That with which the solvent which can be used in this invention combined a polymers dispersing agent, a surface-active agent or water, and these is mentioned. The ingredient of the water soluble organic solvent added by the ink composition mentioned later and others may be added further if needed. According to the desirable mode of this invention, it is preferred to distribute paints with a polymers dispersing agent or a surface-active agent, and to prepare a pigment dispersion undiluted solution.

[0034]They are mentioned by naturally-occurring polymers as a desirable example of a polymers dispersing agent polymers dispersing agent, and as the example, Protein, such as glue, gelatin, GAZEIN, and albumin; Gum arabic, crude rubber [, such as tragacanth gum, ]; -- glucoside [, such as Savo Nin, ]; -- alginic acid and propylene glycol alginate. Alginic acid derivatives, such as alginic acid triethanolamine and ammonium alginate; cellulosics, such as methyl cellulose, carboxymethyl cellulose, hydroxyethyl cellulose, and ethylhydroxycellulose, etc. are mentioned. It is mentioned by synthetic macromolecule as a desirable example of a polymers dispersing agent, and Polyvinyl alcohol. A polyvinyl-pyrrolidones, polyacrylic acid, and acrylic acid-acrylic nitrile copolymer, An acrylic acid potassium acrylic nitrile copolymer, a vinyl acetate acrylic ester copolymer, Acrylic resin, such as an acrylic acid-acrylic ester copolymer; A styrene acrylic acid copolymer, A styrene methacrylic acid copolymer, a styrene methacrylic acid-acrylic ester copolymer, Styrene acrylic resins, such as a styrene alpha-methylstyrene acrylic acid copolymer and a styrene alpha-methylstyrene acrylic acid-acrylic ester copolymer; A styrene maleic acid copolymer, A styrene maleic anhydride copolymer, a vinyl naphthalene-acrylic acid copolymer, A

vinyl naphthalene-maleic acid copolymer and a vinyl acetate ethylenic copolymer, Vinyl acetate system copolymers and those salts, such as a vinyl acetate fatty acid vinyl ethylenic copolymer, a vinyl acetate ester maleate copolymer, a vinyl acetate crotonic acid copolymer, and a vinyl acetate acrylic acid copolymer, are mentioned. In these, the copolymer of a monomer with especially a hydrophobic radical and a monomer with a hydrophilic radical and the polymer which consists of a monomer which had the hydrophobic radical and the hydrophilic radical in molecular structure are preferred.

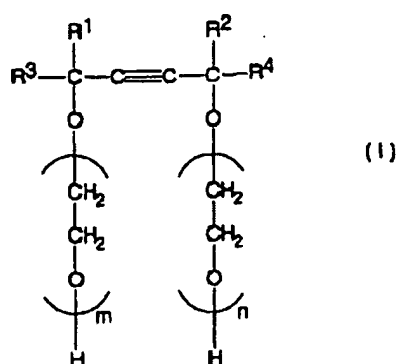
[0035] as the example of a surfactant interface active agent -- an anionic surface-active agent (for example, sodium dodecylbenzenesulfonate.) Lauryl acid sodium, the ammonium salt of polyoxyethylene alkyl ether sulfate, etc., a nonionic surface-active agent (for example, polyoxyethylene alkyl ether.) Polyoxyethylene alkyl ester, polyoxyethylene sorbitan fatty acid ester, Polyoxyethylene alkyl phenyl ether, polyoxyethylene alkylamine, Ampholytic surface active agents, such as polyoxyethylene alkylamide. for example, N and N-dimethyl- N-alkyl N-carboxymethyl ammonium betaine. N and N-dialkylamino alkylene carboxylate, N, N, and N-trialkyl N-sulfo alkylene ammonium betaine, The N and N-dialkyl N, N-bispolyoxyethylene ammonium sulfate ester betaine, 2-alkyl 1-carboxymethyl 1-hydroxyethyl imidazolium betaine, etc. are mentioned. These can be independent or can use two or more sorts together.

[0036] According to the desirable mode of this invention, it is preferred to make glycol ether and/or an acetylene glycol system surface-active agent contain further. As an example of the glycol ether used in this invention, Ethylene glycol monomethyl ether, ethylene glycol monoethyl ether, Ethylene glycol monobutyl ether, ethylene glycol monomethyl ether acetate, Diethylene glycol monomethyl ether, diethylene glycol monoethyl ether, Diethylene-glycol mono-n-propyl ether, ethylene glycol mono-iso-propyl ether, Diethylene-glycol mono-iso-propyl ether, ethylene glycol mono-n-butyl ether, Ethylene glycol mono-t-butyl ether, diethylene-glycol mono-n-butyl ether, Triethylene glycol mono-n-butyl ether, diethylene-glycol mono-t-butyl ether, 1-methyl-1-methoxybutanol, propylene glycol monomethyl ether, Propylene glycol monoethyl ether, propylene glycol mono-t-butyl ether, propylene glycol mono-n-propyl ether, propylene glycol mono-iso-propyl ether, propylene glycol mono-n-butyl ether, Dipropylene glycol mono-n-butyl ether, dipropylene glycol monomethyl ether, Dipropylene glycol monoethyl ether, dipropylene glycol mono-n-propyl ether, dipropylene glycol mono-iso-propyl ether, etc. can mention, and it can use as that, these kinds, or two sorts or more of mixtures.

[0037] It has a preferred thing that an acetylene glycol system surface-active agent is included in this invention. As a desirable example of the acetylene glycol system surface-active agent used in this invention, the compound expressed with following formula (I) is mentioned.

[0038]

[Formula 1]



[It is  $0 \leq m+n \leq 50$  among the above-mentioned formula, and  $R^1$ ,  $R^2$ ,  $R^3$ , and  $R^4$  are alkyl groups (preferably with a carbon number of six or less alkyl group) independently.]

All [ 5-dimethyl- 1-hexyne-3 / 2, 4, 7, the 9-tetramethyl 5-crepe de Chine 4, 7-diol, 3, the 6-dimethyl- 4-octyne- 3, 6-diol, 3, and ] etc. is especially mentioned preferably in the compound expressed with above formula (1). It is also possible to use a commercial item as an acetylene glycol system surface-active agent expressed with above formula (1), As the example, SAFI Norians 104, 82, 465, and 485 or TG (more nearly available than Air Products and Chemicals.Inc. in all), ORUFIN STG, and ORUFIN E1010 (above trade name by Nissin Chemical) are mentioned.

[0039]Water etc. are mixed with a water soluble organic solvent, and both the pigment dispersion liquid manufactured by the manufacturing method of the pigment dispersion liquid by manufacturing method this invention of an ink composition can be used as an ink composition. This ink composition is preferred as what is used for an ink jet recording method.

[0040]According to another mode of this invention, the manufacturing method of the ink composition which contains paints, a dispersing agent, and a water soluble organic solvent at least is provided.

[0041]Therefore, according to the fourth mode mode of this invention, paints, a dispersing agent, and a water soluble organic solvent are provided by the manufacturing method of the ink composition included at least, and them the manufacturing method, The ink undiluted solution which contains paints, a dispersing agent, and a water soluble organic solvent at least is prepared, this undiluted solution is given to cross-flow membrane filtration, and it includes collecting the liquid which did not penetrate the liquid which penetrated the filter diaphragm, or a filter diaphragm as an ink composition.

[0042]According to the sixth mode of this invention, paints, a dispersing agent, and a water soluble organic solvent are provided by the manufacturing method of the ink composition included at least, and them the manufacturing method, The ink undiluted solution which contains paints, a dispersing agent, and a water soluble organic solvent at least is prepared, The liquid which gave this undiluted solution to the cross-flow membrane filtration of the 1st step, collected the liquid which penetrated the filter diaphragm, gave this liquid to

the cross-flow membrane filtration of the 2nd step, and did not penetrate a filter diaphragm including collecting as an ink composition here, The average pore size of the filter diaphragm of the cross-flow membrane filtration of the 1st step is larger than the average pore size of the filter diaphragm of the cross-flow membrane filtration of the 2nd step.

[0043]According to the seventh mode of this invention, paints, a dispersing agent, and a water soluble organic solvent are provided by the manufacturing method of the ink composition included at least, and then the manufacturing method, The ink undiluted solution which contains paints, a dispersing agent, and a water soluble organic solvent at least is prepared, The liquid which gave this undiluted solution to the cross-flow membrane filtration of the 1st step, collected the liquid which did not penetrate a filter diaphragm, gave this liquid to the cross-flow membrane filtration of the 2nd step, and penetrated the filter diaphragm including collecting as an ink composition here, The average pore size of the filter diaphragm of the cross-flow membrane filtration of the 1st step is smaller than the average pore size of the filter diaphragm of the cross-flow membrane filtration of the 2nd step.

[0044]a) Preparation of the ink undiluted solution which is in the manufacturing method of the ink composition by preparation of an ink undiluted solution, cross-flow membrane filtration, paints, and dispersing agent this invention, and contains paints, a dispersing agent, and a water soluble organic solvent at least may be the same as that of preparation of the pigment dispersion undiluted solution described with the manufacturing method of said pigment dispersion liquid. Therefore, paints and a dispersing agent may be the same as preparation of the distributed undiluted solution of said paints described. The technique of cross-flow membrane filtration may also be the same with having stated with the manufacturing method of account pigment dispersion liquid.

[0045]If it is in this invention, the content of paints is about 0.1 to 10% of the weight of a range, and a range which is about 1 to 5 % of the weight preferably to the ink composition whole quantity. The content of a dispersing agent is about 0.01 to 1.5% of the weight of a range, and a range which is about 0.1 to 1 % of the weight preferably to the pigment component whole quantity.

[0046]b) What contains the wetting agent which consists of high boiling point organic solvents as water-soluble organicity intermediation used by water soluble organic solvent this invention is mentioned preferably. As a desirable example of a high boiling point organic solvent, ethylene glycol, a diethylene glycol, Triethylene glycol, a polyethylene glycol, a polypropylene glycol, Propylene glycol, a butylene glycol, 1,2,6-hexanetriol, A thioglycol, hexylene glycol, glycerin, trimethylolethane, Polyhydric alcohol classes, such as trimethylolpropane; Ethylene glycol monoethyl ether, Ethylene glycol monobutyl ether, diethylene glycol monomethyl ether, Diethylene glycol monoethyl ether, diethylene-glycol monobutyl ether, TORIECHIEREN glycol monomethyl ether, triethylene glycol monoethyl ether, The alkyl ether of polyhydric alcohol, such as triethylene glycol monobutyl ether; 2-pyrrolidone, N-methyl-2-pyrrolidone, 1,3-dimethyl-2-imidazolidinone, triethanolamine, etc.

are raised.

[0047]Also in this, use of a not less than 180 °C water soluble organic solvent has the preferred boiling point. In use of a not less than 180 °C water soluble organic solvent, the boiling point brings about the water retention and wettability of an ink composition. As a result, even if it keeps an ink composition for a long period of time, there is neither condensation of paints nor a rise of viscosity, and outstanding preservation stability can be realized. Even if it neglects it by an opened condition (state where the room temperature is describing air), the ink composition which maintains mobility and redispersibility for a long time is realizable. High discharging stability is acquired in an ink jet recording method, without blinding of a nozzle arising at the time of the reboot under printing or after printing discontinuation.

[0048]The boiling point as an example of a not less than 180 °C water soluble organic solvent, Ethylene glycol (boiling point: the inside of a below 197 °C; parenthesis shows the boiling point), Propylene glycol (187 °C), a diethylene glycol (245 °C), Pentamethylene glycol (242 °C), a trimethylene glycol (214 °C), 2-butene-1, 4-diol (235 °C), the 2-ethyl- 1, 3-hexandiol (243 °C), The 2-methyl- 2, 4-pentanediol (197 °C), N-methyl-2-pyrrolidone (202 °C), 1,3-dimethyl-2-imidazolidinone (257-260 °C), 2-pyrrolidone (245 °C), Glycerin (290 °C), tripropylene glycol monomethyl ether (243 °C), Dipropylene glycol monoethyl glycol (198 °C), dipropylene glycol monomethyl ether (190 °C), Dipropylene glycol (232 °C), TORIECHIRENGURI col monomethyl ether (249 °C), Tetraethylene glycol (327 °C), triethylene glycol (288 °C), diethylene-glycol monobutyl ether (230 °C), diethylene glycol monoethyl ether (202 °C), Diethylene glycol monomethyl ether (194 °C) is mentioned. That whose boiling point is not less than 200 °C is preferred. Two or more sorts can use these water soluble organic solvents, being able to be independent or mixing.

[0049]The content of a high boiling point organic solvent is about 0.01 to 10 % of the weight preferably to the ink composition whole quantity.

About 0.1 to 5 % of the weight is more preferably preferred.

[0050]The third class amine is mentioned as a water soluble organic solvent. Addition of the third class amine brings wettability to an ink composition. As an example of the third class amine, trimethylamine, triethylamine, triethanolamine, dimethylethanolamine, diethylethanolamine, TORIISO propenol amine, butyldiethanolamine, etc. are mentioned. These may be used independent or mixing. The addition of the third class amine is about 0.1 to 10 % of the weight to the ink composition whole quantity.  
About 0.5 to 5 % of the weight is preferred more preferably.

[0051]c) If it is in the manufacturing method of the ink composition by water and other ingredient this inventions, in addition to the above-mentioned ingredient, the ingredient of water and others may be added further and an ink composition may be manufactured.

[0052]As an example of other ingredients, hydroxylation alkali is mentioned, as the



example, it is a potassium hydrate, sodium hydroxide, and lithium hydroxide, the addition is about 0.01 to 5 % of the weight to the ink composition whole quantity, and its about 0.05 to 3 % of the weight is more preferably preferred.

[0053]As other ingredients, it is mentioned by the surface-active agent and as the example, an anionic surface-active agent (for example, sodium dodecylbenzenesulfonate.) Lauryl acid sodium, the ammonium salt of polyoxy ethylene alkyl ether sulfate, etc., a nonionic surface-active agent (for example, polyoxyethylene alkyl ether.) Polyoxyethylene alkyl ester, polyoxyethylene sorbitan fatty acid ester, Polyoxyethylene alkyl phenyl ether, polyoxyethylene alkylamine, Ampholytic surface active agents, such as polyoxyethylene alkylamide. for example, N and N-dimethyl- N-alkyl N-carboxymethyl ammonium betaine. N and N-dialkylamino alkylene carboxylate, N, N, and N-trialkyl N-sulfo alkylene ammonium betaine, The N and N-dialkyl N, N-bispolyoxyethylene ammonium sulfate ester betaine, 2-alkyl 1-carboxymethyl 1-hydroxyethyl imidazolinium betaine, etc. are mentioned. These can be independent or can use two or more sorts together.

[0054]The addition of a surface-active agent is about 0.01 to 10 % of the weight to the ink composition whole quantity, and is about 0.1 to 5 % of the weight preferably.

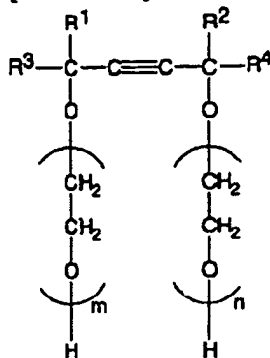
[0055]According to the desirable mode of this invention, it is preferred to add further glycol ether and/or an acetylene glycol system surface-active agent, and to manufacture an ink composition.

[0056]Although the glycol ether which can be used in this invention is used also as the above-mentioned water soluble organic solvent, As the example, ethylene glycol monomethyl ether, ethylene glycol monoethyl ether, Ethylene glycol monobutyl ether, ethylene glycol monomethyl ether acetate, Diethylene glycol monomethyl ether, diethylene glycol monoethyl ether, Diethylene-glycol mono-n-propyl ether, ethylene glycol mono-iso-propyl ether, Diethylene-glycol mono-iso-propyl ether, ethylene glycol mono-n-butyl ether, Ethylene glycol mono-t-butyl ether, diethylene-glycol mono-n-butyl ether, Triethylene glycol mono-n-butyl ether, diethylene-glycol mono-t-butyl ether, 1-methyl-1-methoxybutanol, propylene glycol monomethyl ether, propylene glycol monoethyl ether, propylene glycol mono-t-butyl ether, propylene glycol mono-n-propyl ether, Propylene glycol mono-iso-propyl ether, propylene glycol mono-n-butyl ether, Dipropylene glycol mono-n-butyl ether, dipropylene glycol monomethyl ether, Dipropylene glycol monoethyl ether, dipropylene glycol mono-n-propyl ether, dipropylene glycol mono-iso-propyl ether, etc. can mention, and it can use as thats, these kinds, or two sorts or more of mixtures.

[0057]If it is in this invention, it is preferred to add and manufacture an acetylene glycol system surface-active agent. Perviousness to the recording medium of an ink composition can be made high by addition of an acetylene glycol system surface-active agent, and little printing of a blot can be expected in various recording media. As a desirable example of an acetylene glycol system surface-active agent, the compound expressed with following formula (I) is mentioned.

[0058]

[Formula 2]



(I)

[It is  $0 \leq m+n \leq 50$  among the above-mentioned formula, and  $\text{R}^1$ ,  $\text{R}^2$ ,  $\text{R}^3$ , and  $\text{R}^4$  are alkyl groups (preferably with a carbon number of six or less alkyl group) independently.] All [ 5-dimethyl- 1-hexyne-3 / 2, 4, 7, the 9-tetramethyl 5-crepe de Chine 4, 7-diol, 3, the 6-dimethyl- 4-octyne- 3, 6-diol, 3, and ] etc. is especially mentioned preferably in the compound expressed with above formula (I). It is also possible to use a commercial item as an acetylene glycol system surface-active agent expressed with above formula (I), As the example, SAFI Norians 104, 82, 465, and 485 or TG (more nearly available than Air Products and Chemicals, Inc. in all), ORUFIN STG, and ORUFIN E1010 (above trade name by Nissin Chemical) are mentioned. The addition of a surface-active agent is about 0.01 to 10 % of the weight to the ink composition whole quantity, and its about 0.1 to 5 % of the weight is more preferably preferred.

[0059] If it is in this invention, it is preferred to add the derivative of sugar or sugar and to manufacture an ink composition. Addition of the derivative of sugar or sugar brings water retention to an ink composition. Remarkable water retention can be given by using especially combining the salt of hyaluronic acid, or its derivative.

[0060] As an example of sugar, monosaccharide, disaccharide, oligosaccharide (trisaccharide and tetrasaccharide are included), and polysaccharide are raised, Glucose, mannose, fructose, a ribose, xylose, arabinose, galactose, aldonic acid, a glucitol, (sorbitol), malt sugar, cellobiose, lactose, sucrose, trehalose, a maltotriose, etc. are raised preferably. Here, polysaccharide means sugar in a broad sense, and suppose that it uses for the meaning containing the substance which exists in natures, such as alginic acid, alpha-cyclodextrin, and cellulose, widely. Reducing sugar [ of the sugars described above as a derivative of these sugar ] [(for example, sugar-alcohol (general formula  $\text{HOCH}_2(\text{CHOH})_n\text{CH}_2\text{OH}$  (here))) the integer of  $n = 2-5$  -- expressing --] expressed, oxidation sugar, amino acid (for example, aldonic acid, uronic acid, etc.), thiosugar, etc. are raised. Especially sugar-alcohol is preferred and maltitol, sorbitol, etc. are mentioned as an example. As for the addition of the derivative of sugar or sugar, about 0.1 to 40 % of the weight is preferred to the ink composition whole quantity, and it is about 2.5 to 20 % of the weight more preferably.

[0061]If it is in this invention, it is preferred to add glycerin and to manufacture an ink composition. Addition of glycerin prevents effectively desiccation of the ink composition in the front face of a nozzle of a recording head, and prevents blinding of a nozzle. The addition of glycerin is about 5 to 40 % of the weight to the ink composition whole quantity, and its about 10 to 20 % of the weight is preferably preferred.

[0062]If it is in this invention, a blinding inhibitor of a nozzle, an antiseptic, an antioxidant, a conductivity modifier, pH modifier, a viscosity modifier, a surface tension modifier, an oxygen absorbent, etc. can be added, and an ink composition can be manufactured.

[0063]As an example of an antiseptic and an antifungal agent, sodium benzoate, pentachlorophenol sodium, 2-pyridine thiol 1-oxide sodium, sodium sorbate, Sodium-dehydroacetate, 1, and 2-JIBENJISO thiazoline 3-one (the pro cheating on the fare CRL of ICI, the pro cheating on the fare BDN, the pro cheating on the fare GXL, pro cheating-on-the-fare XL-2, pro cheating on the fare TN) etc. can raise.

[0064]

[Example]In order to explain the contents of this invention to details more, the following example is shown, but the range of this invention is limited to these examples, and is not interpreted. The numerical value in front expresses weight %, as long as there is no reference.

[0065]Mixture dispersion of the ingredient shown in the manufacture A following table A1 of the manufacture A1 pigment-dispersion liquid of an ink composition was carried out in the sand mill (made in the Yasukawa factory) for 2 hours with the glass bead (1.5 times the amount of 1.7 mm in diameter, and a mixture (weight)), and the pigment dispersion undiluted solution was manufactured. Then, the moiety of this pigment dispersion undiluted solution was filtered by cross-flow membrane filtration (membrane filtration is an ultrafiltration and the filter diaphragm used the thing with the effective aperture of 0.5 micrometer), and pigment dispersion liquid was obtained. The remaining moieties were taken as pigment dispersion liquid as it is, without performing cross-flow membrane filtration.

[0066]

Table Aone A 1-/comparative example A1 The example A2-/comparative example A2. example A3 / example A4 [ of comparative example A3 ] / comparative example

A4C.I.Pigment Blue 15:3 15 C.I.Pigment Red 122 15 C.I.Pigment Yellow 128 18 carbon black . 20 Water soluble resin (dispersing agent) 7.0 9.0 11 12 Ethylene glycol 10 10 10 10 pure-water (residue) water soluble resin: Styrene acrylic acid copolymer (the molecular weight 18000, the acid value 120)

[0067]The ingredient shown in the following table A2 was mixed, it agitated for 20 minutes at ordinary temperature, and the ink composition of Example A1 - example A4 and the comparative example A1 - A4 was manufactured.

Table A2 pigment-dispersion liquid 20 % of the weight Glycerin 10 % of the weight Triethylene glycol monobutyl ether 8-% of the weight SAFI Norian 465 1-% of the weight

pure water Residue pigment-dispersion liquid: Manufacture by the manufacture A of pigment dispersion liquid.[0068]Mixture dispersion of the ingredient shown in manufacture A2 following table A3 of an ink composition was carried out in the sand mill (made in the Yasukawa factory) for 2 hours with the glass bead (1.5 times the amount of 1.7 mm in diameter, and a mixture (weight)), and the ink undiluted solution was manufactured. Then, the moiety of this ink undiluted solution was filtered by cross-flow membrane filtration (membrane filtration is an ultrafiltration and the filter diaphragm used the thing with the fractionation effective aperture of 0.5 micrometer), and example A5 - the ink composition of A8 were obtained. The remaining moieties were filtered under pressure with the cartridge filter (the filter diaphragm made from polypropylene with the effective aperture of 0.5 micrometer and application of pressure were 0.8 kg/cm<sup>2</sup>), and comparative example A5 - the ink composition of A8 were obtained.

[0069]

Example A5 of front A3 / comparative example A5 The example A6-/comparative example A6. example A7-/comparative example Aseven A 8-/comparative example A8C.I.Pigment Blue 15:3 2.0 C.I.Pigment Red 122 3.0 C.I.Pigment Yellow 128 3.5 carbon black . 3.5 Water soluble resin (dispersing agent) 0.7 1.1. 1.5 1.4 Glycerin 10 10 10 Ten Ethylene glycol 8 10 5 4 2-pyrrolidone 4 2 1 - Triethylene glycol 2 5 5 Ten Monobutyl ether Safi Nord 465 1 1.1 0.7 0.5 pure water (residue)[0070]The particle diameter of the paints in each ink composition of the examples A1-A8 of particle diameter A of the paints in an ink composition and the comparative examples A1-A8 was as following table A4 showing.

front A4 ink composition Color Mean particle diameter (nm). Example Aof maximum-droplet-size (nm)

Example	Color	Mean particle diameter (nm)	Maximum-droplet-size (nm)
Example A1	Cyanogen	93	204
Example A2	Magenta	88	204
Example A3	yellow	85	204
example A4	black	99	204
example A5	Cyanogen	93	204
Example A6	Magenta	88	204
Example A7	yellow	85	204
example A8	black	99	204
comparative-example A1	Cyanogen	98	408
Comparative example A2	Magenta	101	408
Comparative example A3	yellow	99	344
comparative-example A4	black	99	408
comparative-example A5	Cyanogen	93	344
comparative-example A6	Magenta	88	408
comparative-example A7	Yellow	85	289
comparative-example A8	Black	99	344

The 3441 examples A1 - A4 performed cross-flow membrane filtration after pigment dispersion undiluted solution manufacture.

2) Example A5 - A8 performed cross-flow membrane filtration after ink composition manufacture.

3) The comparative example A1 - A4 did not perform cross-flow membrane filtration after pigment dispersion undiluted solution manufacture.

4) Comparative example A5 - A8 performed cartridge filter filtration after ink composition manufacture.

[0071]Evaluation-test A evaluation A1: 200 l. of each ink composition of example A5of filterable evaluation -A8 and comparative example A5 - A8 was filtered (the flow in the case of filtration was set up with the initial value of 5 l./m). The flow loss from a filtration start initial to the last estimated the filterability at this time by the following standard. The result

was as having indicated to following table A5. It turns out that they are paints with desired mean particle diameter, so that a flow loss is small.

Valuation-basis evaluation A: The flow loss was less than 10%.

Evaluation B: The flow loss was not less than 10% of less than 30%.

Evaluation C: The flow loss was not less than 30% of less than 50%.

Evaluation D: The flow loss was filtration in an excess of 50%.

[0072]Evaluation A2: Printing stability evaluation ink-jet printer EM-900C (made by SEIKO EPSON incorporated company) was filled up with each ink composition of Examples A1-A8 and the comparative examples A1-A8, and it printed to the recording medium only for an ink jet (the SEIKO EPSON incorporated company make, exclusive gloss film).

Regurgitation ink quantity was set to 0.040microper 1/360dpi g, and resolution was set to 360x360dpi. Continuous printing was performed for the above-mentioned printer at 40 \*\* and the humidity 30 over the long period of time, and the following standard estimated the existence of spilling of a dot omission and ink. The result was as having indicated to following table A5.

It was at the valuation-basis evaluation A:96-hour progress time, and generating of spilling of a dot omission or ink was less than 10 times.

It is at the evaluation B:72-hour progress time, and It generated less than 10 times, and it is spilling of a dot omission or ink at the 96-hour progress time, and it occurred 10 times or more.

It is at the evaluation C:48-hour progress time, and it generated less than 10 times, and it is spilling of a dot omission or ink at the 72-hour progress time, and it occurred 10 times or more.

It is at the evaluation D:24-hour progress time, and it generated less than 10 times, and it is spilling of a dot omission or ink at the 48-hour progress time, and it occurred 10 times or more.

Evaluation E: Spilling of a dot omission or ink occurred 10 times or more within 24 hours.

[0073]

表A 5

	評価A 1	評価A 2
例A 1		A
例A 2		A
例A 3		A
例A 4		A
例A 5	A	A
例A 6	A	A
例A 7	A	A
例A 8	A	A
比較例A 1		C
比較例A 2		D
比較例A 3		D
比較例A 4		C
比較例A 5	C	C
比較例A 6	C	C
比較例A 7	C	C
比較例A 8	C	D

[0074]Mixture dispersion of the ingredient shown in the manufacture B following table B1 of the manufacture B pigment dispersion liquid of an ink composition was carried out in the sand mill (made in the Yasukawa factory) for 2 hours with the glass bead (1.5 times the amount of 1.7 mm in diameter, and a mixture (weight)), and the pigment dispersion undiluted solution was manufactured. Then, the moiety of this pigment dispersion undiluted solution was filtered by the following cross-flow membrane filtration, and pigment dispersion liquid was obtained. It was considered as pigment dispersion liquid as it is, without filtering the remaining moieties by this cross-flow membrane filtration.

[0075]200 l. of pigment dispersion undiluted solutions obtained by the cross-flow membrane filtration above of the 1st step of cross-flow membrane filtration (1) were filtered by the cross-flow membrane filtration (membrane filtration is an ultrafiltration and the filter diaphragm used the thing with the fractionation effective aperture of 0.5 micrometer) of the 1st step, and the liquid which penetrated the film was collected. As for the cross-flow membrane filtration apparatus of the 1st step, a pump output and channel internal pressure were prepared so that circulating flowing quantity might become a part for 0.5-l./by 20-l./at the time of the early stages of operation in the amount of penetration side streams.

(2) The liquid collected by the 2nd-step cross-flow ultrafiltration above (1) was filtered by the cross-flow membrane filtration (membrane filtration is an ultrafiltration and the filter diaphragm used the thing with the fractionation effective aperture of 0.01 micrometer) of the 2nd step, and the liquid which did not penetrate a film was collected as pigment dispersion liquid. As for the cross-flow membrane filtration apparatus of the 2nd step, a pump output and channel internal pressure were prepared so that circulating flowing quantity might become a part for 0.01-l./by 20-l./at the time of the early stages of operation in the amount of penetration side streams. The obtained pigment dispersion liquid was about 180 l.

regardless of the kind of paints.

[0076]

Table Bone B 1-/comparative example B1 Example B-2 / comparative example B-2. example B3/comparative example B3 example B4 / comparative example B4 pigment content C.I.Pigment Blue 15:3 15 C.I.Pigment Red 122 15 C.I.Pigment Bellow 128 18 carbon black . 20 Water soluble resin (dispersing agent) 7.0 9.0 11 12 Ethylene glycol 10 10 10 pure-water (residue) water soluble resin: Styrene acrylic acid copolymer (the molecular weight 18000, the acid value 120)

[0077]The ingredient shown by manufacture B1 following table B-2 of an ink composition was mixed, it agitated for 20 minutes at ordinary temperature, and the ink composition of Example B1 - B4 and the comparative example B1 - B4 was manufactured.

Front B-2 pigment dispersion liquid 20 % of the weight Glycerin 10 % of the weight Triethylene glycol monobutyl ether 8 % of the weight SAFI Norian 465 1 % of the weight pure-water (residue) pigment-dispersion liquid: Manufacture by the manufacture B of pigment dispersion liquid.[0078]Mixed the ingredient shown in the manufacture B-2 following table B3 of an ink composition, it was made to distribute in a sand mill (made in the Yasukawa factory) for 2 hours with a glass bead (1.5 times the amount of 1.7 mm in diameter, and a mixture (weight)), and the ink undiluted solution was manufactured. Then, the moiety was filtered by the following cross-flow membrane filtration among the ink undiluted solutions manufactured above, and it was considered as example B5 - the ink composition of B8. The remaining moieties were filtered with the cartridge filter (the filter diaphragm made from polypropylene with the effective aperture of 0.5 micrometer and application of pressure were  $0.8\text{kg}/[\text{cm}]^2$ ), and it was considered as comparative example B5 - the ink composition of B8.

[0079]200 l. of ink undiluted solutions obtained by the cross-flow membrane filtration above of the 1st step of cross-flow membrane filtration (1) were filtered by the cross-flow membrane filtration (membrane filtration is an ultrafiltration and the filter diaphragm used the thing with the fractionation effective aperture of 0.5 micro) of the 1st step, and the liquid which penetrated the filter diaphragm was collected. The cross-flow membrane filtration of the 1st step prepared a pump output and channel internal pressure so that circulating flowing quantity might become a part for 0.5-l./by 20-l./at the time of the early stages of operation in the amount of penetration side streams.

(2) The liquid collected by the 2nd-step cross-flow-filtration processing above (1) was filtered by the cross-flow membrane filtration (membrane filtration is an ultrafiltration and the filter diaphragm used the thing with the fractionation effective aperture of 0.01 micrometer) of the 2nd [ further ] step, and the liquid which did not penetrate a filter diaphragm was collected as an ink composition. The cross-flow membrane filtration of the 2nd step prepared a pump output and channel internal pressure so that circulating flowing quantity might become a part for 0.01-l./by 20-l./at the time of the early stages of operation in the amount of penetration side streams. The obtained Ink composition was about 180 l.

regardless of the kind of paints.

[0080]

Table B3 cyanogen Magenta Yellow Black pigment content C.I.Pigment Blue 15:3 2.0 C.I.Pigment Red 122 3.0 C.I.Pigment Bellow 128 3.5. carbon black 3.5 water soluble resin (dispersing agent). 0.7 1.1 1.5 1.4 glycerin . 10 10 10 10 ethylene glycol . 8 10 5 4 2-pyrrolidone 4 2 1 - Triethylene glycol 2 5 5 Ten Monobutyl ether Safi Nord 465 1 1.1 0.7 0.5 pure-water (residue) water soluble resin: Styrene acrylic acid copolymer (the molecular weight 18000, the acid 120)

[0081]The particle diameter of the paints in the ink composition manufactured by the manufacture B1 and B-2 of the particle diameter B ink composition of paints in an ink composition was as following table B4 showing. The unit of particle diameter is nm among front B4.

表B 4

インク組成物	色	平均粒径
例B 1	シアン	8 5
例B 2	マゼンタ	9 0
例B 3	イエロー	7 9
例B 4	ブラック	9 5
例B 5	シアン	8 5
例B 6	マゼンタ	8 8
例B 7	イエロー	8 1
例B 8	ブラック	9 8
比較例B 1	シアン	8 9
比較例B 2	マゼンタ	9 0
比較例B 3	イエロー	8 5
比較例B 4	ブラック	1 0 0
比較例B 5	シアン	8 8
比較例B 6	マゼンタ	8 8
比較例B 7	イエロー	8 2
比較例B 8	ブラック	9 9

- 1) Example B1 - B4 performed cross-flow membrane filtration after pigment dispersion undiluted solution manufacture.
- 2) Example B5 - B8 performed cross-flow membrane filtration after ink composition manufacture.
- 3) The comparative example B1 - B4 did not perform cross-flow membrane filtration after pigment dispersion undiluted solution manufacture.
- 4) Comparative example B5 - B8 performed cartridge filter filtration after ink composition manufacture.

[0082]Evaluation test B ink-jet printer EM-900C (made by SEIKO EPSON incorporated company) was filled up with the ink composition of Examples B1-B8 manufactured above and the comparative examples B1-B8, and it printed to the recording medium only for an



ink jet (the SEIKO EPSON incorporated company make, exclusive gloss film).

Regurgitation ink quantity was set to 0.040microper 1/360dpi g, and resolution was set to 360x360dpi.

[0083]Evaluation B1: Continuous printing was performed for the printer of the printing stability evaluation above at 40 \*\* and 30% of humidity over the long period of time, and the following standard estimated the existence of spilling of a dot omission and ink. The result was as having indicated in following table B5.

It was at the valuation-basis evaluation A:96-hour progress time, and generating of spilling of a dot omission or ink was less than 10 times.

It is at the evaluation B:72-hour progress time, and it generated less than 10 times, and it is spilling of a dot omission or ink at the 96-hour progress time, and it occurred 10 times or more.

It is at the evaluation C:48-hour progress time, and it generated less than 10 times, and it is spilling of a dot omission or ink at the 72-hour progress time, and it occurred 10 times or more.

It is at the evaluation D:24-hour progress time, and it generated less than 10 times, and it is spilling of a dot omission or ink at the 48-hour progress time, and it occurred 10 times or more.

[0084]Evaluation B-2: The ink composition of the examples B1-B8 of color reproduction nature evaluation and the comparative examples B1-B8 was used as the ink sets 1-4 as shown in following table B5. filling up the above-mentioned ink-jet printer with these ink sets 1-4 -- the recording medium only for an ink jet -- each color of cyanogen, magenta, yellow, and BURRAKU -- every [ 40%duty ] -- outputted equivalent weight, the dark gray color picture was made to form by a solid pattern, and the chroma saturation was measured and evaluated. The coordinates of the  $L^*a^*b^*$  color system of the color difference notation which measures measurement of chroma saturation with Macbeth CE-7000 spectrophotometer (made by Macbeth), and is specified in CIE were searched for. It asked for chroma saturation  $C^*$  by following formula (II) from the above-mentioned data, and this was made into the fixed-quantity value of evaluation. The measured value of  $L^*$ ,  $a^*$ ,  $b^*$ , and chroma saturation  $C^*$  was shown in following front B5, and was a passage.

$$C^* = (a^*)^2 + (b^*)^2)^{1/2} \text{ (II)}$$

It is shown that chroma saturation  $C^*$  shows a high value that such a clear picture is acquired. In dark space like the shadow of a picture, especially the chroma saturation of the color in a mixed-colors portion shows that color reproduction nature is high. In the same duty value (the amount of placing), it is shown that a brighter color can be outputted, so that brightness  $L^*$  shows a high value. This shows that the flexibility of color reproduction nature is large.

[0085]

Front B5 ink set Ink composition The evaluation A1. The example A1 of evaluation  
A2L-b-a-C-A Example Aof one2A 29.8 -25.3. -15.5 29.7 Example A4 of example A3 A.  
Example Aof example A5 Aof A 2 6 A 26.2 -19.7. -14.5 24.7 The example A8 of example  
A7 A. A comparative example A1 C 3 comparative-example A2 D 30.1 -24.5 -15.2 28.8  
comparative-example A3 D comparative example A4 C comparative example A5 C 4  
comparative-example A6 C 27.0 -18.2 -14.1 23.0 Comparative example A7 B comparative  
example A8 B

[Translation done.]

**\* NOTICES \***

JPO and INPIT are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

**DESCRIPTION OF DRAWINGS**

[Brief Description of the Drawings]

[Drawing 1] Drawing 1 is the general drawing of a cross-flow membrane filtration apparatus.

[Drawing 2] Drawing 2 is an enlarged drawing of the membrane filtration part of a cross-flow membrane filtration apparatus.

[Drawing 3] Drawing 3 is a schematic diagram of the device which can realize the method of this invention which consists of a cross-flow membrane filtration apparatus of the 1st step, and a cross-flow membrane filtration apparatus of the 2nd step.

[Drawing 4] Drawing 4 is an enlarged drawing of the membrane filtration part of the cross-flow membrane filtration apparatus of the 1st step.

[Drawing 5] Drawing 5 is an enlarged drawing of the membrane filtration part of the cross-flow membrane filtration apparatus of the 2nd step.

[Translation done.]

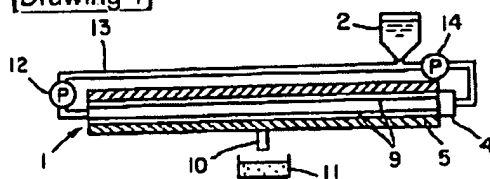
\* NOTICES \*

JPO and INPIT are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

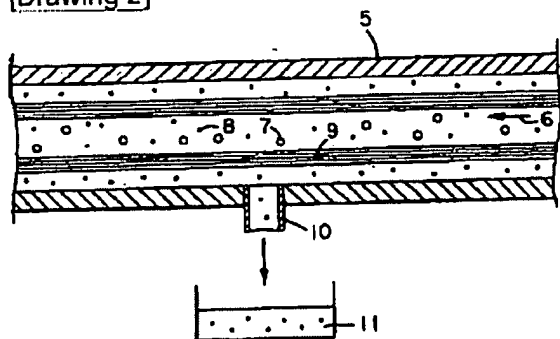
1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

DRAWINGS

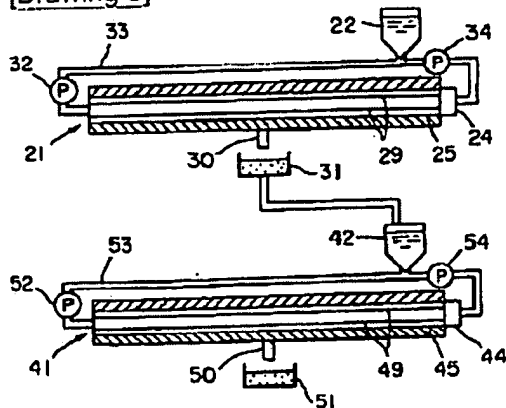
[Drawing 1]



[Drawing 2]



[Drawing 3]



[Drawing 4]